

Europäisches Patentamt
European Patent Office
Office européen des brevets



(11) EP 0 947 625 A1

(12)

EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG

(43) Veröffentlichungstag:
06.10.1999 Patentblatt 1999/40

(51) Int. Cl.⁶: D21C 11/00

(21) Anmeldenummer: 99105545.0

(22) Anmeldetag: 18.03.1999

(84) Benannte Vertragsstaaten:
AT BE CH CY DE DK ES FI FR GB GR IE IT LI LU
MC NL PT SE
Benannte Erstreckungsstaaten:
AL LT LV MK RO SI

(72) Erfinder:
• Furumoto, Herbert Dr.
91052 Erlangen (DE)
• Kemna, Andreas Dr.
91052 Erlangen (DE)
• Lampe, Uwe Dr.
21614 Buxtehude (DE)

(30) Priorität: 31.03.1998 DE 19814385

(71) Anmelder:
SIEMENS AKTIENGESELLSCHAFT
80333 München (DE)

(54) Verfahren und Vorrichtung zur Prozessführung und zur Prozessoptimierung der Chemikalienrückgewinnung bei der Herstellung von Zellstoff

(57) Bei der Herstellung von Zellstoff werden Kochchemikalien (12) eingesetzt, um das Lignin aus dem Holz (11) herauszulösen. Die Kochchemikalien verbrauchen sich während des Kochvorganges und werden nach der Kochung zurückgewonnen. Zur Steuerung und Optimierung des Chemikalienrückgewinnungsprozesses werden erfindungsgemäß an wenigstens einer Stelle (A-I) kontinuierliche Spektren von elektromagnetischer Strahlung gemessen. Aus den Spektren werden Kenngrößen (PC1,...,PCn) gebildet, die Kenngrößen (PC1,...,PCn) werden in ein Zustandsmodell einge-

bracht, woraus zusätzlich mit den Prozeßeigenschaften ein Prozeßmodell abgeleitet wird. Ggfs. Werden zusätzlich diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften zur Modellbildung verwendet. Aus Zustandsmodell und/oder Prozeßmodell können Qualitätseigenschaften der gemessenen Substanzen ermittelt werden. Das Zustandsmodell und/oder das Prozeßmodell wird zur Prozeßführung und zur Prozeßoptimierung eingesetzt.

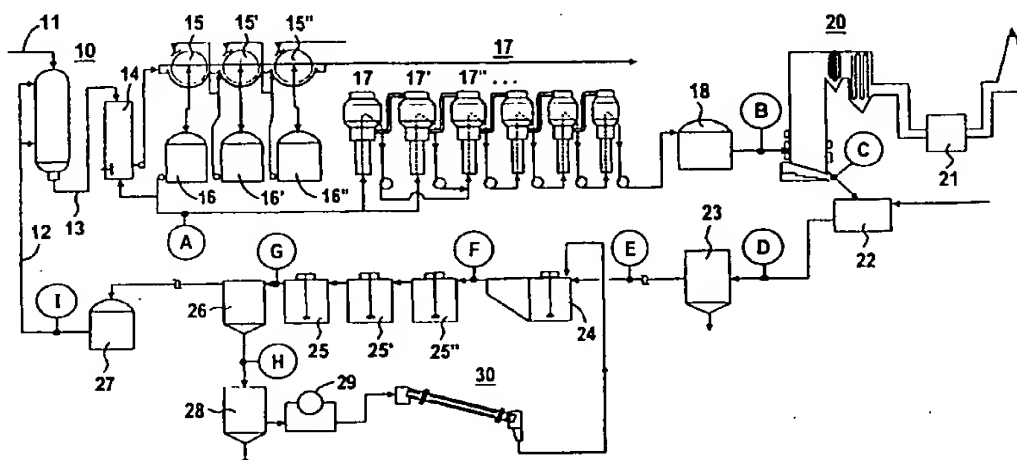


FIG 1

EP 0 947 625 A1

Beschreibung

[0001] Die Erfindung bezieht sich auf ein Verfahren zur Prozeßführung und zur Prozeßoptimierung der Chemikalienrückgewinnung bei der Herstellung von Zellstoff unter Einsatz wenigstens eines Zustandsmodells und/oder Prozeßmodells. Daneben bezieht sich die Erfindung auf eine Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens.

[0002] Die Herstellung von Zellstoff durch den sogenannten Zellstoffaufschluß erfolgt durch Kochung von Kollzhackschnitzeln unter Einsatz von entsprechenden Kochchemikalien entweder in einem kontinuierlichen oder in einem diskontinuierlichen Prozeß. Der Zellstoffkochung mit Sulfat- oder Sulfitausschluß schließt sich üblicherweise ein Rückgewinnungsprozeß für die Kochchemikalien an.

[0003] Die Prozeßführung bei der Rückgewinnung der Kochchemikalien ist schwierig, da wichtige Qualitätsparameter der Kochchemikalien - beim Sulfataufschluß beispielsweise die Aktiv-Alkali-Konzentration, Sulfidität, Sulfatanteil, Schwefelanteil, Na_2S , Na_2SO_4 , Na_2CO_3 , Na_2O , CaO , NaOH , NaCl , K_2CO_3 , CaCO_3 , $\text{Ca}(\text{OH})_2$ und beim Sulfitaufschluß beispielsweise die Chemikalien SO_2 , HSO_3^- , SO_3^{--} , $\text{S}_2\text{O}_3^{--}$, SO_4^{--} , MgO , Aktiv-MgO, totgebranntes MgO - im Labor erst mit Zeitverzögerung gemessen werden. Aus diesem Grund kann eine zwischenzeitliche Fehlproduktion nicht ausgeschlossen werden. Um die Gefahr einer Fehlproduktion zu vermeiden, wird daher der Produktionsprozeß üblicherweise mit einem größeren Sicherheitsspielraum hinsichtlich der Kochchemikalienqualität betrieben, als es eigentlich notwendig wäre.

[0004] Beim Stand der Technik werden häufig folgende Strategien angewandt:

- Der Prozeß wird nach Erfahrungswerten gesteuert. Regeleingriffe sind nur in geringem Umfang möglich. Die Qualität der Kochchemikalien kann nur im nachhinein bestimmt werden. Eine große Streuung der Qualitätsparameter ist daher häufig nicht vermeidbar.
- Es erfolgt ein analytisches Messen einzelner Komponenten der Kochflüssigkeit mit beispielsweise Titrationsautomaten.

[0005] Daneben wurde bereits vorgeschlagen, Infrarotspektroskopie zur Prozeßbeurteilung vorzusehen, wozu eine Reihe von Veröffentlichungen existiert. Aus der DE 195 10 009 A1 ist ein Verfahren zur Prozeßführung einer Papiermaschine bekannt. Dabei werden ausgewählte spektrale Kennwerte für die Messung von Produktqualitätsparametern verwendet. Speziell zur Prozeßführung beim Stoffauflauf einer Papiermaschine werden neuronale Netze eingesetzt, die an den im Labor gemessenen Produktparametern trainiert wurden. Weiterhin ist aus der DE 195 10 008 A1 ein Verfahren zur Prozeßführung bei der Zellstoff- und

Papierherstellung bekannt, bei dem spektrale Kennwerte unterschiedlicher Wellenlängen zur Bestimmung der Ausgangsstoffe und zur Bewertung der Rohstoffqualität abgeleitet werden. Dabei sollen ebenfalls Korrektursignale für die anlagentechnischen Regel- oder Steuereinrichtungen ermittelt werden, und zwar insbesondere mit neuronalen Netzen. Bei diesem Verfahren erfolgt die Meßsignalaufnahme direkt am Rohstoff „Holz“, wie Holzhackschnitzel oder Holzfasern, oder direkt am Rohstoff „Altpapier“.

[0006] Gemäß der US 5 378 320 A wird bei der Sulfatzellstoff-Herstellung über IR-Spektroskopie bei ausgewählten Wellenzahlen die Absorption gemessen und werden über Korrelationen verschiedene Alkalikonzentrationen ermittelt. Dabei wird vorgeschlagen, mit spektroskopischen Messungen den Ligningehalt von Zellstoff zu bestimmen.

[0007] Weiterhin ist aus der DE 36 16 051 A1 ein Verfahren zur Kontrolle des Aufschlusses von Lignozellulosen mit Hilfe von FTIR - Spektroskopie bekannt. Durch Messung im MIR-(Mittleren Infrarot)-Bereich wird der Restligninanteil und die Konzentration der Kochchemikalien bestimmt, z.B. der Gehalt an freiem SO_2 bei der Sulfitkochung.

[0008] Daneben ist aus der DE 42 21 404 A1 eine Verbrennungsanlage für die Ablauge eines Zellstoffkochers mit einer Regeleinrichtung für die Verbrennungsluft bekannt, bei der die Menge an Temperatur einer in der Anlage zerstäubten Ablauge in Abhängigkeit von einer Maßzahl für die Aschequalität derart erfolgt, daß die Verbrennungsprodukte der Ablauge möglichst große Mengen an hydratisierbaren Ausgangsstoffen für die Rückgewinnung der Aufschlußchemikalien enthalten.

[0009] Schließlich wird in der US 5 616 214 A, der US 5 364 502 A und der US 5 282 931 vorgeschlagen, Spektroskopie speziell im Zusammenhang mit der Rückgewinnung der Aufschlußchemikalien bei der Zellstoffherstellung anzuwenden. Bei diesen Druckschriften werden jeweils aus dem Verfahrensprozeß Proben entnommen und bei definierten Wellenlängen untersucht. Davon abgesehen wird mit der JP 5-321183 A vorgeschlagen, zur Regelung der Verbrennung von Schwarzlauge in einem Rückgewinnungskessel eine Fuzzy-Regelung in der Weise vorzusehen, daß aus der Betriebspraxis Fuzzy-Regeln aufgestellt und mit einer geeigneten Zugehörigkeitsfunktion korreliert werden.

[0010] Beim nicht vorveröffentlichten Stand der Technik gemäß der DE 196 53 530 A1, der DE 196 53 532 A1, der DE 196 53 479 A1 und der DE 196 53 477 A1 wird auf die Anwendung und Auswertung der Spektroskopie bei der Zellstoffkochung, beim Bleichen von Papierstoffen sowie beim Betreiben von Refinern und Papiermaschinen eingegangen. Für diese Anwendungen wird jeweils vorgeschlagen, an mindestens einer Stelle kontinuierliche Spektren von elektromagnetischer Strahlung und/oder kontinuierliche Spektren von mechanischen Eigenschaften zu messen, weiterhin an mindestens einer Stelle diskrete physikalische und/oder

chemische Eigenschaften zu erfassen, durch mathematische Auswertung der kontinuierlichen Spektren Kenngrößen zu bilden und aus den Kenngrößen, den physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften und Labormessungen der Produkteigenschaften ein Zustandsmodell und ggfs. ein Prozeßmodell aufzustellen.

[0011] Demgegenüber ist es Aufgabe der Erfindung, die Prozeßführung speziell für die Chemikalienrückgewinnung bei der Herstellung von Zellstoff zu verbessern und eine zugehörige Vorrichtung zu schaffen.

[0012] Die Aufgabe ist bei einem Verfahren der eingangs genannten Art erfindungsgemäß mit den Merkmalen des Patentanspruches 1 gelöst, wobei vorteilhafte Weiterbildungen in den abhängigen Ansprüchen angegeben sind. Die zugehörige Vorrichtung ist im einzigen Sachanspruch angegeben.

[0013] Das Verfahren mit Erfassung der kontinuierlichen Spektren ist alternativ für den Sulfat- oder Sulfatprozeß einsetzbar. Bei der Erfindung werden spektroskopische Messungen speziell an den Chemikalienströmen der Rückgewinnungsanlage, d.h. beim Sulfataufschluß z.B. an der Sodaschmelze nach dem Rückgewinnungskessel, in der Grün-, Weiß- und Schwarzlauge, und beim Sulfataufschluß z.B. im Aschestrom oder an der Asche bzw. in den Kochflüssigkeiten, durchgeführt. Vorteilhafterweise können zur Messung kontinuierlicher Spektren elektromagnetischer Strahlung Absorptions-, Emissions- und/oder Lumineszenzspektroskopie im Spektralbereich von 0,1 µm bis 400 µm, vorzugsweise zwischen 0,4 µm und 100 µm eingesetzt werden. Die kontinuierlichen Spektren werden mit geeigneten Rechenverfahren ausgewertet und ermöglichen eine Aussage über die zu erwartende chemische Zusammensetzung der Kochflüssigkeit. Auf der Basis dieser Aussagen kann in den Prozeß regelnd eingegriffen werden, z.B. durch die Veränderung der Luftverteilung im Rückgewinnungskessel, der CaO-Zufuhr im sog. Kaustifizierer, durch Zusatz von sog. „Make-up“-Chemikalien sowie durch die Regelung des Mischungsverhältnisses von Schwarzlauge, Weißlauge und Verdünnungswasser.

[0014] Die verbesserte Chemikalienrückgewinnung ist insbesondere vorteilhaft für die Zellstoffherstellung mit einer Vergleichmäßigung der Qualität der Kochflüssigkeit auf hohem Niveau. Damit wird eine Erhöhung der Ausbeute und der Produktionsmenge, eine Reduzierung des Chemikalien- und/oder Energieeinsatzes sowie auch die Einsparung von Hilfsstoffen in der an die Zellstoffherstellung nachfolgenden Bleichstufe erreicht.

[0015] Die Erfindung ist gegenüber dem eingangs angegebenen Stand der Technik in wesentlichen Punkten, wie insbesondere dem Meßort, der Meßmethode, der Verarbeitung der Spektren und der Modellbildung, weiterentwickelt.

[0016] Sofern mit elektromagnetischen Wellen im Bereich der Wellenlängen zwischen 100 nm und 400 µm, vorzugsweise im Bereich von 0,4 µm bis 100 µm,

gearbeitet wird, können neben Absorptions-, Emissions- oder Lumineszenzspektren auch sog. Ramanspektren gemessen werden. Beispielsweise die Absorptionsspektroskopie kann in Transmission, diffuser Reflexion oder gedämpfter Totalreflexion (ATR = attenuated total reflection) erfolgen. Die Anregung zur Lumineszenz kann z.B. durch die Einstrahlung von elektromagnetischer Strahlung, z.B. UV-Strahlung oder durch eine spezifische chemische Reaktion wie Chemolumineszenz, erfolgen; die Anregung der Emission erfolgt dagegen z.B. durch Bestrahlung mit Elektronen. Bei Messung im Bereich des Infraroten (IR: 800 nm bis 20 µm) kann vorzugsweise die Fourier-Transformations-Infrarot-Spektroskopie (FTIR) eingesetzt werden. Bei inhomogenen Proben erfolgt zum Plausibilitätsvergleich die spektroskopische Messung mehrfach.

[0017] Vorzugsweise werden die Spektren wie folgt vorverarbeitet:

- durch Fourier-Transformation.
- Bei der Messung der Absorption durch diffuse Reflexion durch Umrechnung in sog. Kubelka-Munk-Einheiten und Korrektur von Mehrfachstreuungseffekten
- durch Normierung und Glättung der Spektren
- durch Ermittlung von für die Modellbildung ungeeigneten Spektren. Die Ausschaltung ungeeigneter Messungen kann z.B. durch Vergleich mit Referenzspektren erfolgen
- durch Bildung von Mittelwerten bei mehreren Spektren zu einer Probennahme.

[0018] Nach diesen ersten Verarbeitungsschritten können an den Spektren ganz oder abschnittsweise folgende rechnergestützte Verfahren zur Ermittlung von Kenngrößen angewandt werden, wobei die Beschreibung der Spektren im wesentlichen durch ihre Hauptkomponenten erfolgt:

- PCA-Verfahren (principle component analysis) oder auch sog. Hauptkomponentenanalyse
- PLS-Verfahren (partial least square), einer der Fachwelt bekannten Rechenmethode unter Verwendung kleinster Quadrate
- Neuronale Netze
- Analytische Beschreibung der Spektren, z.B. im Bereich des Infraroten (IR) durch Lage, Intensität und Breite der wichtigsten Absorptions- oder Emissionspeaks, Ermittlung dieser Größen z.B. mit einfachen Minimum-/Maximum-Verfahren oder der zweiten Ableitung der Spektren

Die Kenngrößen werden zur Modellierung der gewünschten Qualitätsparameter herangezogen.

[0019] Die Zustandsmodelle zur Berechnung der Qualitätsparameter können bei ausreichend großer Zahl von Daten auf der Basis von neuronalen Netzen, Fuzzy-Systemen, Multilinearen Regressionsmodellen

bzw. Kombinationen daraus strukturiert sein. Alternativ zu rein datengetriebenen Modellen sind auch kombinierte Modelle möglich, bei denen zusätzlich analytisches Wissen eingebracht wird. Auf die gleiche Weise und mit den gleichen Mitteln können auch die Prozeßmodelle aufgebaut werden.

[0020] Zur Aufstellung der Modelle werden Labormessungen an Zwischen- und Endprodukten herangezogen. Das Training der Modelle bzw. deren Validierung erfolgt jeweils auf der Grundlage der Laborwerte und kann in bestimmten Zeitabständen wiederholt werden, wobei auch ein nur partielles Nachlernen möglich ist.

[0021] Eine in der Spektrenvorverarbeitung integrierte Prüfung auf Modellgültigkeit („Novelty Detection“) entsprechend der älteren, nicht vorveröffentlichten DE 196 322 45 A1 kann im laufenden Prozeß rechtzeitig die Notwendigkeit einer neuen Trainingsphase anzeigen.

[0022] Weitere Einzelheiten und Vorteile der Erfindung ergeben sich aus der nachfolgenden Figurenbeschreibung von Ausführungsbeispielen anhand der Zeichnung. Es zeigen

- Figur 1 ein Schema der Meßstellen bei der Chemikalienrückgewinnung,
- Figur 2 als Ausschnitt von Figur 1 ein entsprechendes Schema für die Kautistifizierung,
- Figur 3 ein kontinuierliches Spektrum von optischen Messungen an Kochflüssigkeit,
- Figuren 4 und 5 jeweils ein Zustandsmodell für die Qualitätsparameter der Kochflüssigkeit für den Sulfataufschluß und den Sulfitaufschluß,
- Figur 6 ein Prozeßmodell für die Chemikalienaufbereitung beim Sulfatzellstoff,
- Figur 7 ein Prozeßmodell für die Chemikalienaufbereitung beim Sulfitzellstoff,
- Figur 8 ein dynamisches Prozeßmodell,
- Figur 9 den schematischen Aufbau einer Prozeßoptimierung zum Steuern der Chemikalienaufbereitung,
- Figur 10 eine Variante zu Figur 8 unter Einbeziehung des dynamischen Modells gemäß Figur 7,
- Figur 11 schematisch die Vorverarbeitung und Verdichtung der Spektren und
- Figur 12 eine Vorrichtung zur optimierten Prozeßführung bei der Chemikalienaufbereitung.

[0023] Die Figuren werden nachfolgend teilweise gemeinsam beschrieben. Gleiche bzw. gleichwirkende Teile haben sich entsprechende Bezugszeichen.

[0024] In Figur 1 ist der Aufbau einer kontinuierlich arbeitenden Chemikalienaufbereitung dargestellt, wobei in vorliegendem Zusammenhang das Meßstellenschema verdeutlicht wird. Dabei wird von einem

bekannten Kocher zum Herstellen von Zellstoff durch Kochen von Ausgangsstoffen, insbesondere in Form von Holzhackschnitzeln, in einer geeigneten Kochflüssigkeit ausgegangen. Mit 11 ist der Einlaß für das Holz in den Kocher 10, mit 12 die Zuleitung für die Kochflüssigkeit und mit 13 der Auslaß für den fertigen Zellstoff bezeichnet. Dem Kocher 10 schließen sich ein Blasstank 14 und mehrere Wäscher 15, 15', 15'' mit zugeordneten Filtrattanks 16, 16', 16'' an. Vom Wäscher wird der fertige Zellstoff ausgegeben.

[0025] Das Filtrat wird über wenigstens eine Einheit 17, vorteilhafterweise Einheiten 17, 17', 17'',... zur mehrstufigen Eindampfung, in einen sog. Schwarzlaugentank 18 gegeben und gelangt von dort in einen Rückgewinnungskessel 20 für Kochchemikalien. Im Rückgewinnungskessel 20 sollen die als Schwarzlauge bezeichneten, nichtwiederverwertbaren Ablaugen, verbrannt und die wiederverwertbaren Kochchemikalien zurückgewonnen werden. Über ein Elektro-Filter 21 wird die Flugasche entfernt. Die sich am Boden des Rückgewinnungskessels 20 ansammelnde Sodaschmelze fließt in einen Schmelze-Löse-Tank 22 ab. Es folgt ein Grünlauge-Klärstank 23 und eine Anlage zur Kautistifizierung, in der chemische Umbesetzungsreaktionen zur Laugengewinnung erfolgen. Diese Anlage besteht im wesentlichen aus einem Löschtank 24, mehreren einzelnen Kautistifizierern 25, 25', 25'', einem Weißlauge-Klärstank 26 und einem Kochlaugentank 27. Der Anlage zur Kautistifizierung ist ein Wäscher 28 mit Filter 29 und einem Kalkofen 30 zugeordnet. Der dort gebrannte Kalk wird in den Löschtank 24 zurückgeführt. Aus der Teildarstellung nach Figur 2 wird die Funktionsweise der gestaffelten Kautistifizierer 25, 25', 25'' und 25''' deutlich. Es ist ein Rechner 105 zur Aufnahme und Verarbeitung charakteristischer Daten, insbesondere auch von physikalischen bzw. chemischen Eigenschaften, wie Durchfluß \dot{m} und Dichte ρ , vorhanden.

[0026] Aufgrund des angestrebten kontinuierlichen Betriebes der Anlage ist die dargestellte Chemikalienaufbereitung vergleichsweise komplex: Es kann alternativ nach dem Sulfatprozeß oder nach dem Sulfiprozeß gearbeitet werden. Dabei ist an verschiedenen signifikanten Stellen der Verfahrenskette der Prozeßzustand zu erfassen und der Prozeßverlauf zu optimieren, wozu Meßgrößen erfaßt werden müssen. In Figur 1 sind dazu an entsprechenden Stellen der Verfahrenskette Spektrometer zur Aufnahme einzelner kontinuierlichen Spektren A, B, C, D, E, F, G, H und I von elektromagnetischer Strahlung und in der Teildarstellung gemäß Figur 2 mit entsprechenden Modifizierungen Spektrometer an geeigneten Meßstellen für die Spektren F' und G' angebracht. Mit dieser Anordnung werden, vorzugsweise im Bereich des Infraroten (IR: 1 - 25 μm), online in der Kochflüssigkeit spektroskopische Messungen durchgeführt. Eine solche Messung kann z.B. mit Hilfe einer bekannten ATR-Sonde oder einem bekannten FTIR-Spektrometer durchgeführt werden.

[0027] Die gemessenen Spektren werden durch eine

Signalvorverarbeitung geglättet und normiert. Anschließend kann eine Zerlegung in die Hauptkomponenten und/oder die Identifikation wichtiger Peaks erfolgen. Aus den Hauptkomponenten können anschließend mit Modellen, z.B. nach Methoden der multilinear Regression, die Konzentrationen folgender Größen berechnet werden: Effektiv-Alkali, Sulfidität, Carbonat, Sulfat und Thiosulfat.

[0028] Letztere Werte können neben anderen Werten bekanntermaßen in Prozeßmodellen für die Berechnung der Qualitätsparameter der in Figur 1 erzeugten Kochflüssigkeit 12 verwendet werden.

[0029] Ein regelnder Eingriff ist an verschiedenen Punkten des Rückgewinnungsprozesses denkbar, z.B. durch Nachdosieren von Chemikalien, durch Temperaturvariationen oder auch durch Änderungen in den Zirkulationen.

[0030] In Figur 3 kennzeichnet 31 beispielhaft den Verlauf eines IR-Spektrums von Kochflüssigkeit im Wellenzahlbereich 1500 bis 900 cm^{-1} . Zum Erhalten der Spektren A bis I in den Figuren 1 und 2 kann auch in anderen Wellenzahlbereichen gemessen werden.

[0031] Die anhand der Figur 3 beispielhaft dargestellten Spektren werden mittels unterschiedlichster mathematischer Methoden, die jeweils für sich vom Stand der Technik bekannt sind, aufbereitet. Wie bereits erwähnt, geht es dabei im wesentlichen um eine Vorverarbeitung der Spektren, um das Einbringen von analytischem Wissen und um eine mögliche Ausreißererkennung, um eine korrekte bestimmungsgemäße Ermittlung von Kenngrößen zu gewährleisten. Wesentlich ist dafür, daß allein aus den kontinuierlichen Spektren durch eine geeignete mathematische Auswertung derartige Kenngrößen speziell für die Chemikalienströme im Rückgewinnungsprozeß gebildet werden können und daß aus den Kenngrößen und Labormessungen der Chemikalienkonzentrationen ein Zustandsmodell und/oder zusätzlich mit Prozeßeigenschaften ein Prozeßmodell gebildet wird. Weiterhin können dazu an den Chemikalienströmen diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften zur Weiterverarbeitung erfaßt werden.

[0032] Letzteres gilt für die Kochchemikalien sowohl im Sulfatprozeß als auch im Sulfatprozeß: Im einzelnen werden beim Sulfatprozeß als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen insbesondere die Aktiv-Alkali-Konzentration, die Sulfidität, der Sulfatanteil sowie der Anteil von Na_2S , Na_2CO_3 und NaOH verwendet. Beim Sulfatprozeß werden als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen für die Säuren die Gesamt- SO_2 , die HSO_3^- , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-} -Konzentrationen und für die Basen die MgO -Konzentration, unterteilt in sog. totgebranntes MgO und Aktiv- MgO , verwendet.

[0033] In den Figuren 4 und 5 bedeuten 40A und 40B jeweils ein diesbezügliches Zustandsmodell der Kochchemikalien, aus dem deren Eigenschaften, wie z.B. die Konzentration, berechnet werden. Daraus können die

wesentlichen Qualitätsparameter für die aufzubereitende Kochflüssigkeit abgeleitet werden. Dazu werden aus den Spektren entweder mit der sogenannten Hauptkomponentenanalyse (PCA = principal component analysis) oder mit der sogenannten PLS-Methode (partial least square) die Kenngrößen ermittelt und in das Modell eingegeben.

[0034] Weiterhin werden in Fig. 4 und Fig. 5 ausgewählte diskrete mechanische oder chemische Eigenschaften und in das Zustandsmodell 40 eingegeben. Das Zustandsmodell 40A bzw. 40B kann aber ggfs. allein mit aus den kontinuierlichen Spektren ermittelten Kenngrößen PC1 bis PCn gebildet werden.

[0035] Das Modell 40A bzw. 40B kann z.B. vorteilhafterweise durch ein neuronales Netz gebildet sein. Beim Modellieren wird insgesamt von modernen informationstechnischen Rechenmethoden, wie insbesondere auch evolutionären bzw. genetischen Algorithmen, Gebrauch gemacht.

[0036] In Figur 6 ist ein Prozeßmodell für die Chemikalienrückgewinnung nach dem Sulfatverfahren mit 50 bezeichnet. Eingegeben werden hier beispielhaft diskrete physikalische und chemische Eigenschaften, wie z.B. Temperatur, pH-Wert und Druck und die Zustandsgrößen der Kochflüssigkeit als Ausgabe der Zustandsmodelle beispielsweise gemäß den Figuren 4 oder 5. Auch die Prozeßmodelle können allein mit den aus den kontinuierlichen Spektren ermittelten Kenngrößen gebildet werden.

[0037] In Figur 7 ist ein entsprechendes Prozeßmodell 60 speziell für das Sulfatverfahren angegeben. Sofern diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften verwendet werden sollen, können neben dem optischen Spektrum beispielsweise die Durchflüsse und/oder die Temperaturen angegeben werden, was in Figur 6 dargestellt ist. Der pH-Wert beim Sulfataufschluß kann eingegeben werden.

[0038] Für jeden zu berechnenden Qualitätsparameter sind zweckmäßigerweise eigene Modelle zu erstellen. Zur Erhöhung der Vorhersagegenauigkeit können für jeden Parameter Teilmodelle gebildet werden.

[0039] Gemäß Figur 8 kann das Prozeßmodell gemäß Figur 6 auch als dynamisches Prozeßmodell 70 konzipiert sein. Die Eingangsgrößen sind hier entsprechend den Eingangsgrößen in Figur 6 jeweils zu diskreten Zeitpunkten $k, \dots, (k-n)$, angegeben. Entsprechendes gilt für die Chemikalienkonzentration. Daraus bestimmt das dynamische Prozeßmodell 70 die Chemikalienkonzentration zu zukünftigen Zeitpunkten $(k+1)$.

[0040] Bei der Aufstellung der Modelle kann außer von neuronalen Netzen auch von Fuzzy-Verfahren Gebrauch gemacht werden. Es können kombinierte Neuro-Fuzzy-Systeme eingesetzt werden.

[0041] Nach Aufstellung der Zustands- und/oder der Prozeßmodelle geht es insbesondere darum, die Gültigkeit der Modelle zu validieren, was durch ein online-Training der einzelnen Modelle bzw. der Teilmodelle erfolgen kann. Dabei kann es für die Praxis wichtig

sein, durch rechnergestützte Auswahl aller informationstragender Daten eine Überprüfung der jeweils erhaltenen Ergebnisse vorzunehmen. Dieses Verfahren wurde als sog. „Novelty Detection“ vorgeschlagen und ermöglicht im laufenden Produktionsprozeß, neue Datensätze in das Auswerteverfahren einzubringen. Bei Vorliegen nicht konsistenter Ergebnisse ist ein Nachtrainieren der Modelle notwendig.

[0042] Die anhand der beschriebenen Modellierungsverfahren erhaltenen Größen werden zur Prozeßführung und Prozeßoptimierung in der Rückgewinnungsanlage eingesetzt. Dafür ist in Figur 9 der Prozeß allgemein mit 80 bezeichnet, woraus sich der aktuelle Prozeßzustand anhand der Spektren mit 81 ergibt. Das Prozeßmodell ist hier mit 82 bezeichnet, aus dem die Daten in eine Einheit zur Kostenfunktion 83 gegeben werden, die gleichzeitig mit Daten für Kosten und Preise aus der Einheit 84 beaufschlagt wird. Ein Optimierer 85 ermittelt daraus die Stellgrößen 86, die in das Prozeßmodell 82 zurückgekoppelt werden und weiterhin die optimalen Stellgrößen 87 zur Prozeßführung. Diese können auch über einen Schalter 88 vom Anlagenfahrer durchgeschaltet werden.

[0043] Entsprechendes ergibt sich aus Figur 10 für eine Prozeßführung, bei der gleichermaßen ein dynamisches Modell entsprechend der Figur 8 verwendet wird. Hier ist zusätzlich eine Einheit 89 mit dem dynamischen Modell vorhanden, in die der aktuelle Prozeßzustand einerseits eingegeben und die optimalen Stellgrößen andererseits angegeben werden.

[0044] Anhand Figur 11 wird verdeutlicht, daß eine Einheit 91 zur Vorverarbeitung und Verdichtung für die Spektren des Gesamtspektrums 90 dient, aus dem in der Auswerteeinheit 92 z.B. die Kenngrößen PC 1 bis PC 10 berechnet werden. Bei der hierzu verwendeten Hauptkomponentenanalyse werden aus einer geeigneten Anzahl von Spektren, beispielsweise zwischen drei und zehn Spektren, sogenannte Scores, zwecks Datenreduktion gebildet. Daraus werden die Eingangsgrößen PC1,..., PCn insbesondere des Modells gemäß Figur 4 berechnet.

[0045] Gemäß Figur 11 fließen die Kenngrößen PC1 bis PCn in das Zustandsmodell 93 und in das Prozeßmodell 94 ein, wobei hier zusätzlich diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften und die Prozeßbeschreibung das Zustandsmodell zum Prozeßmodell ergänzen. Vom Zustandsmodell 93 werden die Produkteigenschaften der Kochchemikalien und aus dem Prozeßmodell 94 die Produkteigenschaften der Kochflüssigkeit abgeleitet. Nunmehr können alle Chemikalienzusätze berechnet und im Sinne der angestrebten Kosteneinsparung optimiert werden.

[0046] Figur 12 zeigt, wie mit entsprechender Auswerte- und Optimierungssoftware anhand eines Rechners, der der Rechner 105 aus Figur 1 sein kann, in ein vorhandenes Prozeßleitsystem eingegriffen wird. Es können optimierte Stellgrößen erzeugt werden, die ein bekanntes Automatisierungsgerät 100 als Prozeßleitsystem

beaufschlagt, das mit der eigentlichen Anlage zur Durchführung des Prozesses in Wechselwirkung steht. Im Prinzip werden also die vorhandenen Anlagen zur Chemikalienrückgewinnung durch mehrere Spektrometer 101 bis 103 und ein zugehöriges, als Software realisiertes Optimierungsprogramm, das auf dem Rechner 105 abläuft, ergänzt.

Patentansprüche

1. Verfahren zur Prozeßführung und zur Prozeßoptimierung bei der Chemikalienrückgewinnung beim Herstellen von Zellstoff unter Einsatz wenigstens eines Zustandsmodells und/oder Prozeßmodells, mit folgenden Merkmalen:
 - a) an mindestens einer Stelle werden an den Chemikalienströmen kontinuierliche Spektren von elektromagnetischer Strahlung gemessen,
 - b) durch mathematische Auswertung der kontinuierlichen Spektren werden Kenngrößen (PC1...PCn) für die Chemikalienströme gebildet,
 - d) aus den Kenngrößen (PC1...PCn) und Labormessungen der Chemikalienkonzentrationen wird das Zustandsmodell aufgestellt und/oder es wird zusätzlich mit Prozeßeigenschaften das Prozeßmodell aufgestellt.
2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß an mindestens einer Stelle an den Chemikalienströmen diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften erfaßt werden.
3. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß die diskreten physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften zur Aufstellung des Zustandsmodells und ggfs. des Prozeßmodells verwendet werden.
4. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß bei Wellenlängen der elektromagnetischen Strahlung zwischen 100 nm und 400 µm gemessen wird.
5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die elektromagnetische Strahlung als Absorptions-, Emissions-, Lumineszenz- oder als Raman-Spektrum erfaßt wird.
6. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die elektromagnetische Strahlung in Transmission, direkter oder diffuser Reflexion oder gedämpfter Totalreflexion (ATR) erfaßt wird.
7. Verfahren nach Anspruch 2, dadurch gekennzeichnet, daß als diskrete physikalische und/oder chemische Eigenschaften die elektrische Leitfähigkeit

keit, der pH-Wert, die Temperatur, die Durchflüsse, die Chemikalienkonzentrationen der Chemikalienströme erfaßt wird.

8. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß an einer vorgegebenen Anzahl von Spektren eine Hauptkomponentenanalyse durchgeführt und zur Datenreduktion eine entsprechende Anzahl von Scores ausgewählt wird, und daß daraus die Kenngrößen für die Modellbildung ermittelt werden. 5
9. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Spektren vorverarbeitet und verdichtet werden, und daß die spezifischen Kennwerte der Spektren, insbesondere die Hauptkomponenten, zur Beschreibung des Produktzustandes ausgewählt werden und unmittelbar in das Zustandsmodell eingegeben werden. 10
10. Verfahren nach Anspruch 8, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Spektren vorverarbeitet und verdichtet werden, daß die spezifische Kenngrößen der Spektren, insbesondere die Hauptkomponenten, in das Zustandsmodell eingebracht werden, und daß am Ausgang des Zustandsmodells die Produkteigenschaften gebildet und unmittelbar in das Prozeßmodell eingegeben werden. 15
11. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß für die Modellbildung ungeeignete Spektren durch Plausibilitätsprüfung eliminiert werden. 20
12. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß zur Modellbildung Neuronale Netze und/oder Fuzzy-Logik eingesetzt werden. 25
13. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Messungen der Spektren beim Sulfatprozeß sowohl an der Sodaschmelze als auch an den wäßrigen Chemikalienströmen wie Grünlaug, Weißlaug und Schwarzlaug durchgeführt werden. 30
14. Verfahren nach Anspruch 1, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Messung der Spektren beim Sulfatprozeß sowohl am Aschestrom bzw. an der Asche und an den Kochsäuren durchgeführt werden. 35
15. Verfahren nach Anspruch 13 oder Anspruch 14, **dadurch gekennzeichnet**, daß die durch Auswertung der Spektren erhaltenen Kenngrößen zur Steuerung und/oder Regelung des Rückgewinnungsprozesses herangezogen werden. 40
16. Verfahren nach Anspruch 15, **dadurch gekennzeichnet**, daß zur Steuerung und/oder Regelung der Chemikalienrückgewinnung die Qualitätsparameter der fertigen Kochflüssigkeit, insbesondere die Chemikalienkonzentrationen, modelliert werden. 45
17. Verfahren nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Modellansätze neben der Vorhersage der Produktqualität auch zur Berechnung der Chemikalieneinsätze herangezogen werden. 50
18. Verfahren nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen beim Sulfatprozeß die Aktiv-Alkali-Konzentration, die Sulfidität, der Sulfatanteil sowie der Anteil von Na_2S , Na_2CO_3 und NaOH verwendet werden. 55
19. Verfahren nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß als den Chemikalienrückgewinnungsprozeß beschreibende Chemikalienkonzentrationen beim Sulfatprozeß für die Säuren die Gesamt- SO_2 , die HSO_3^- , SO_3^{2-} , $\text{S}_2\text{O}_3^{2-}$, SO_4^{2-} -Konzentrationen und für die Basen die MgO -Konzentration, unterteilt in gebranntes MgO und Aktiv- MgO , verwendet werden. 60
20. Verfahren nach Anspruch 16, **dadurch gekennzeichnet**, daß der Modellansatz mit den Qualitätsparametern in der Prozeßoptimierung eingesetzt wird. 65
21. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß eine Kostenfunktion gebildet wird, die mit einem Optimierer durch geeignete Variation der Stellgrößen optimiert wird. 70
22. Verfahren nach Anspruch 19, **dadurch gekennzeichnet**, daß die Optimierung durch genetische Algorithmen erfolgt. 75
23. Verfahren nach Anspruch 20, **dadurch gekennzeichnet**, daß als Kostenfunktion eine Kostenfunktion für die Produktionskosten und/oder eine Gewinnfunktion eingesetzt wird. 80
24. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß ein dynamisches Modell zur Überprüfung der durch ein statisches Modell optimierten Stellgrößen eingesetzt wird, wobei als dynamisches Modell insbesondere ein neuronales Netz verwendet wird. 85
25. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß das Modell und/oder die Teilmodelle online trainiert werden. 90

26. Verfahren nach einem der vorhergehenden Ansprüche, **dadurch gekennzeichnet**, daß durch rechnergestützte Auswahl aller informationstragenden Daten eine Überprüfung von erhaltenen Ergebnissen durchgeführt wird („Novelty Detection“). 5
27. Verfahren nach Anspruch 26, **dadurch gekennzeichnet**, daß bei Vorliegen nichtkonsistenter Ergebnisse ein Nachtrainieren erfolgt. 10
28. Vorrichtung zur Durchführung des Verfahrens nach einem der Ansprüche 1 bis 27, bestehend aus wenigstens einem Spektrometer (101, 102, 103), aus einem Digitalrechner (105) zur mathematischen Auswertung der kontinuierlichen Spektren 15 zwecks Berechnung der Kenngrößen (PC1...PCn) und zur Aufstellung des Zustandsmodells und/oder des Prozeßmodells aus den Kenngrößen (PC1...PCn) und gegebenenfalls den diskreten physikalischen und/oder chemischen Eigenschaften 20 als Prozeßeigenschaften, sowie aus einem Prozeßleitsystem (100).

25

30

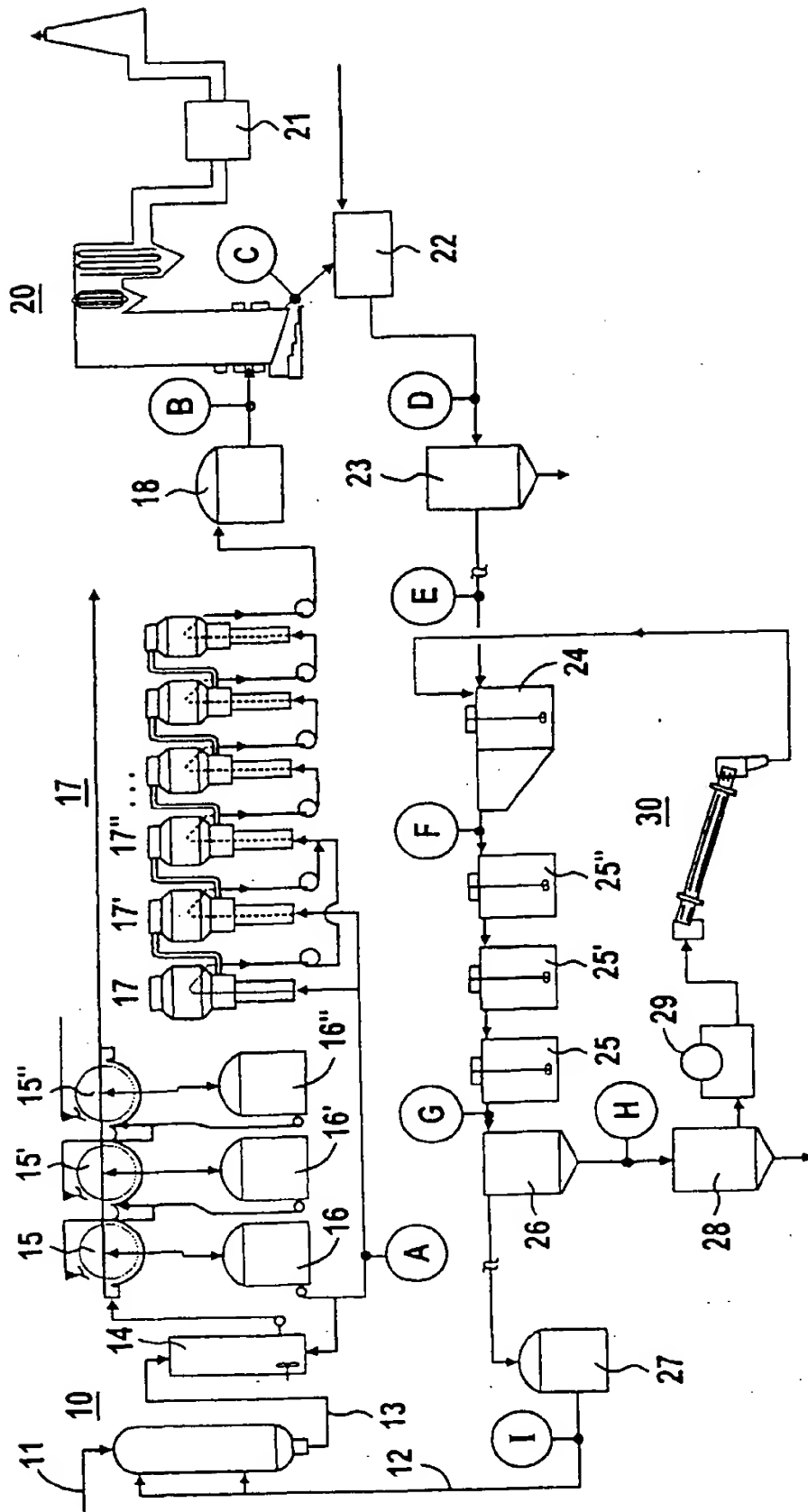
35

40

45

50

55



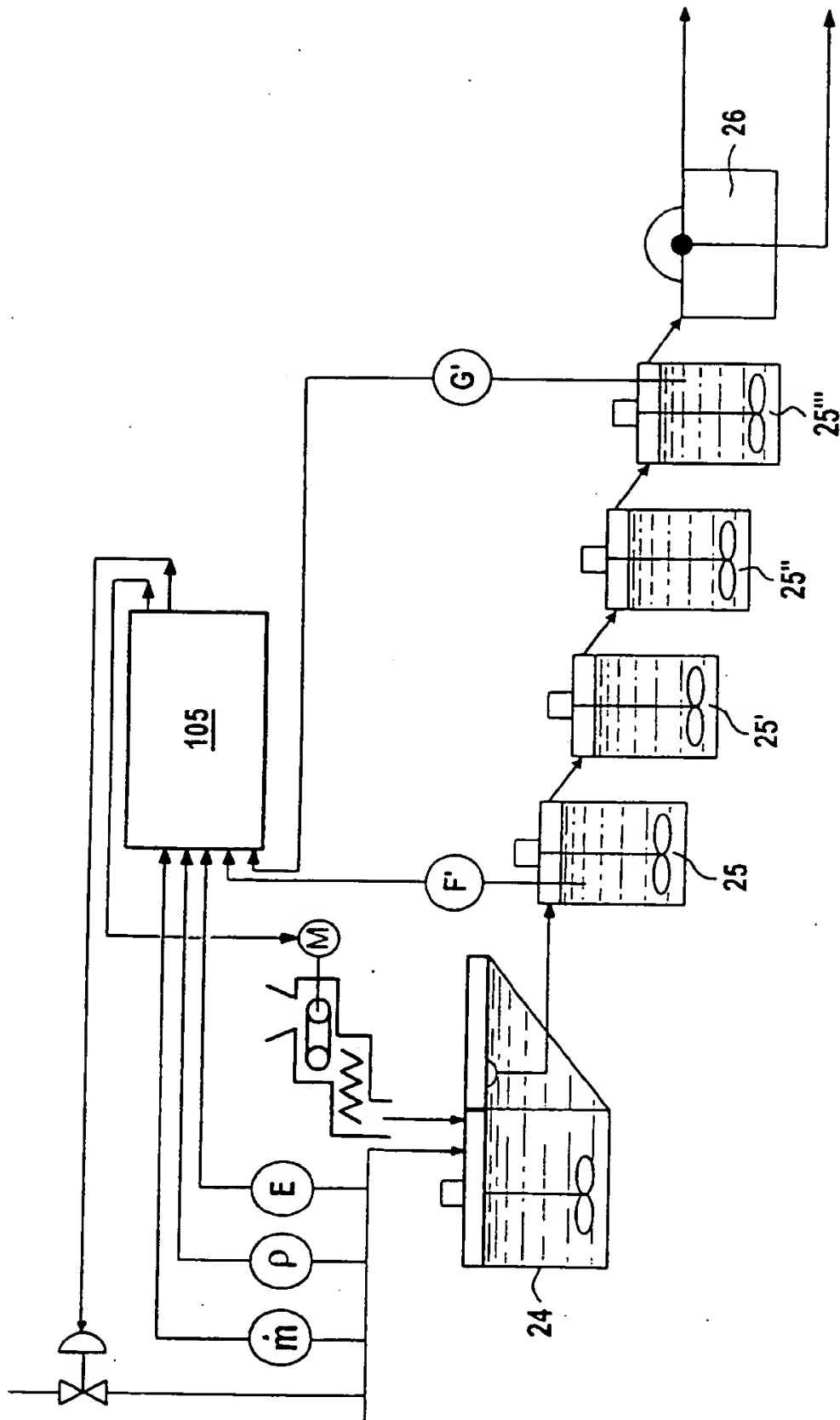


FIG 2

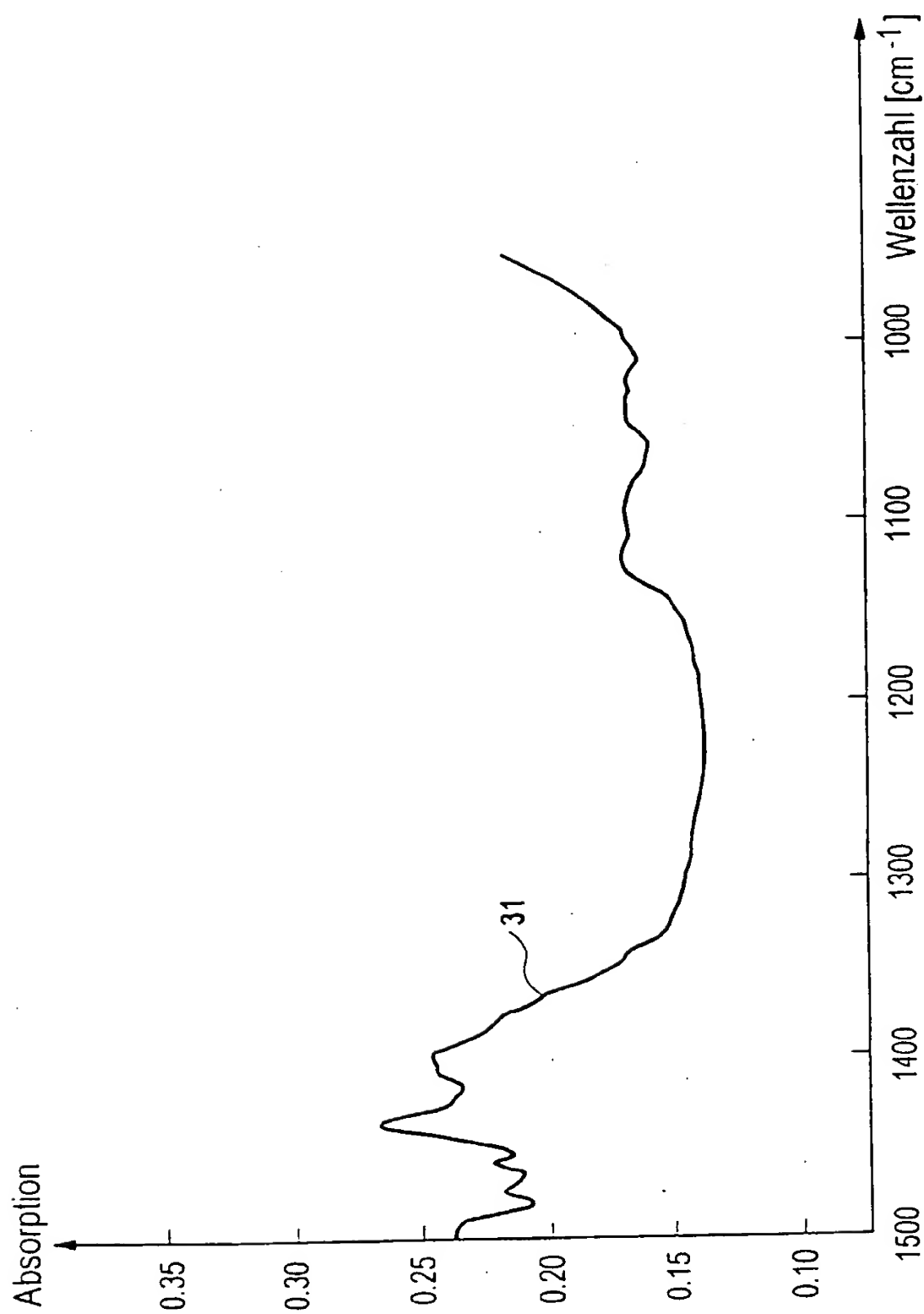


FIG 3

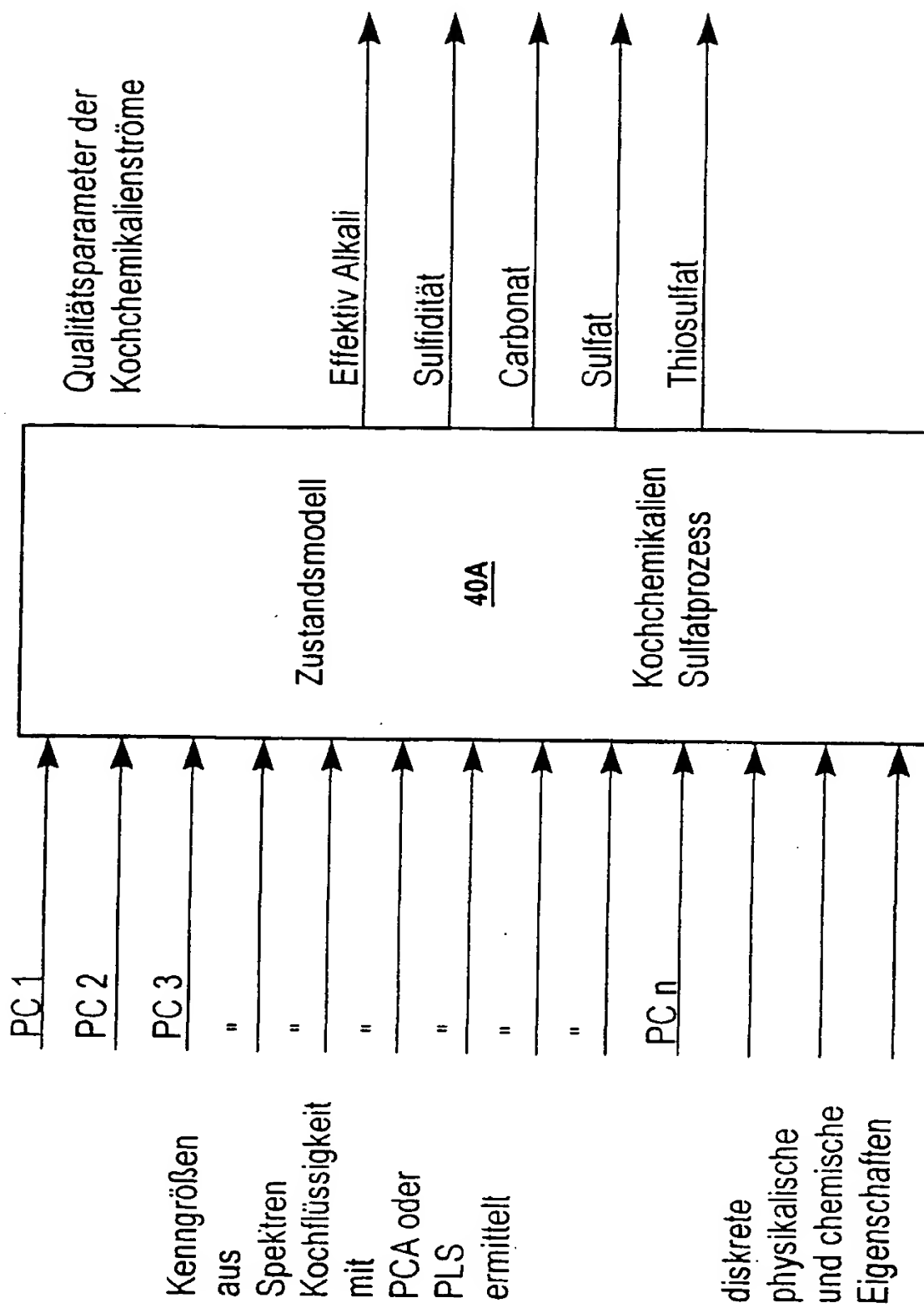


FIG 4

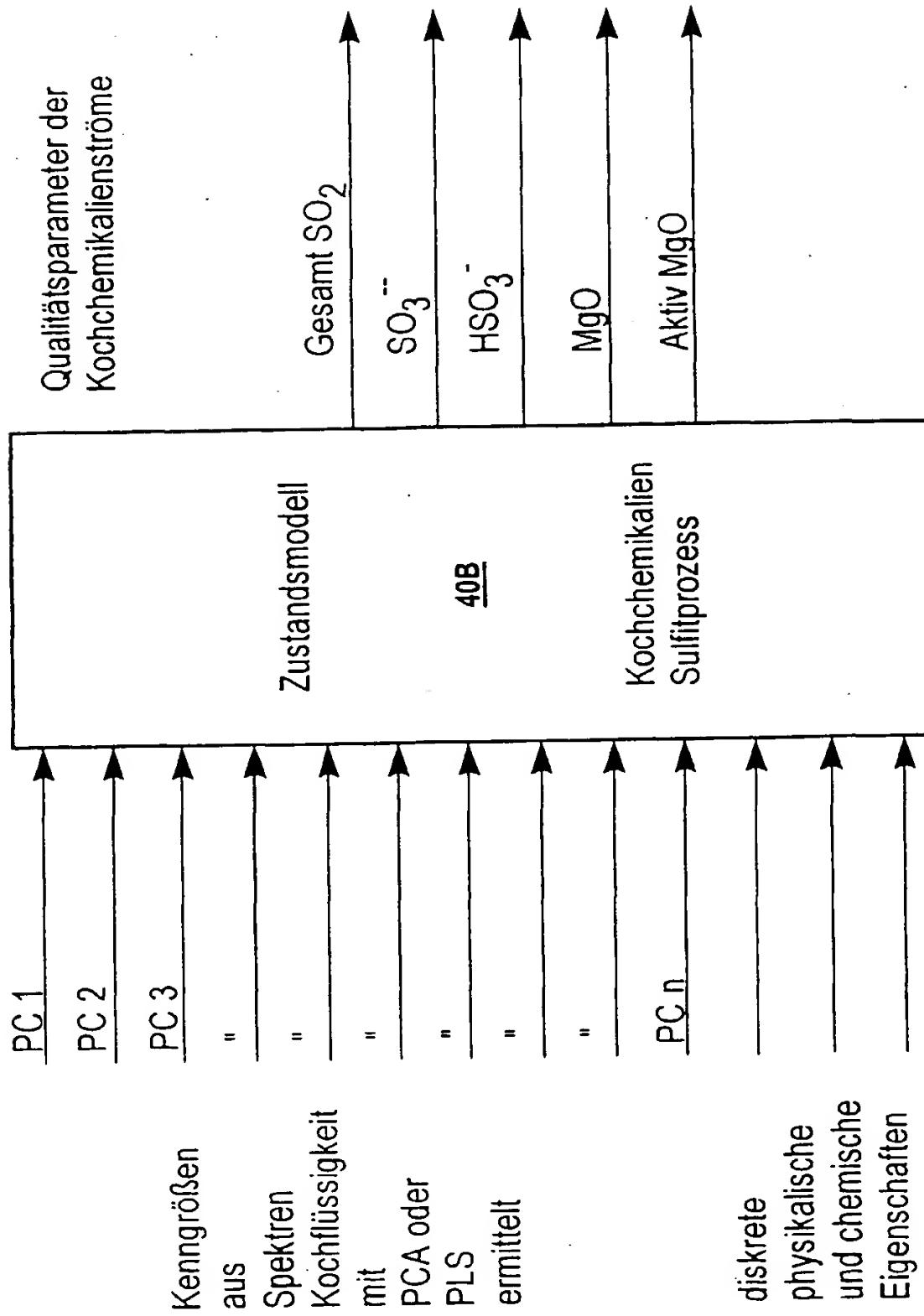


FIG 5

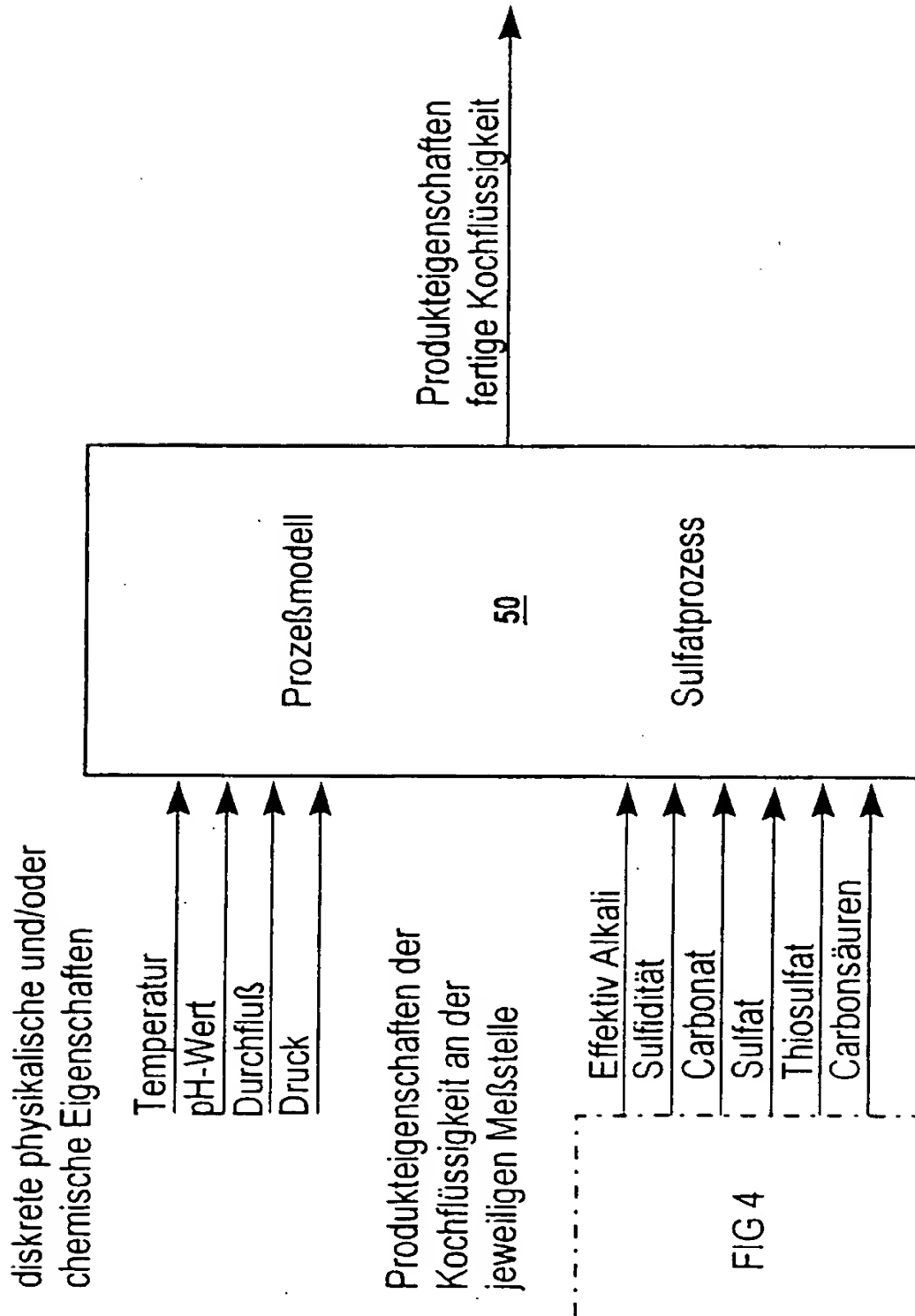


FIG 6

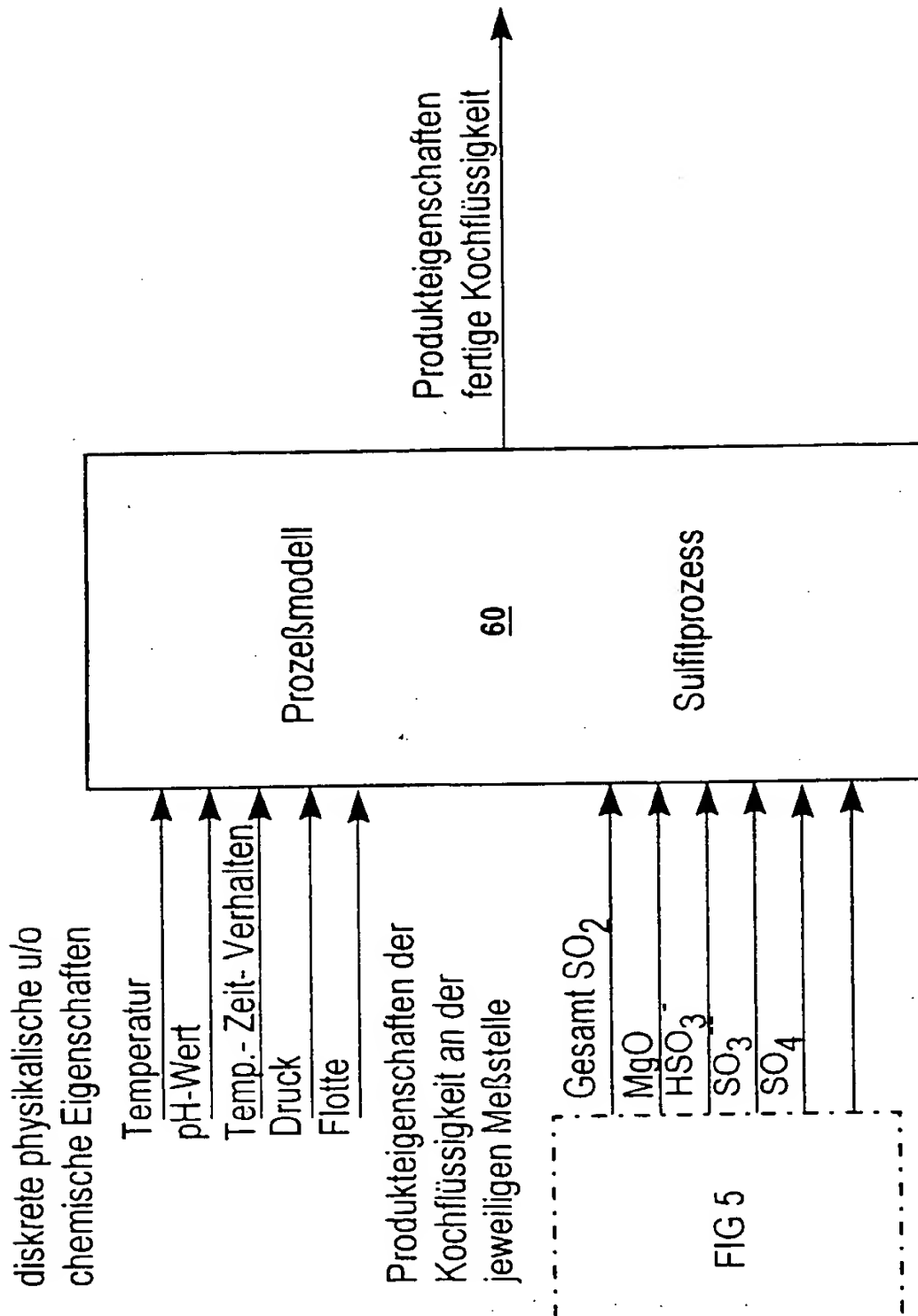


FIG 7

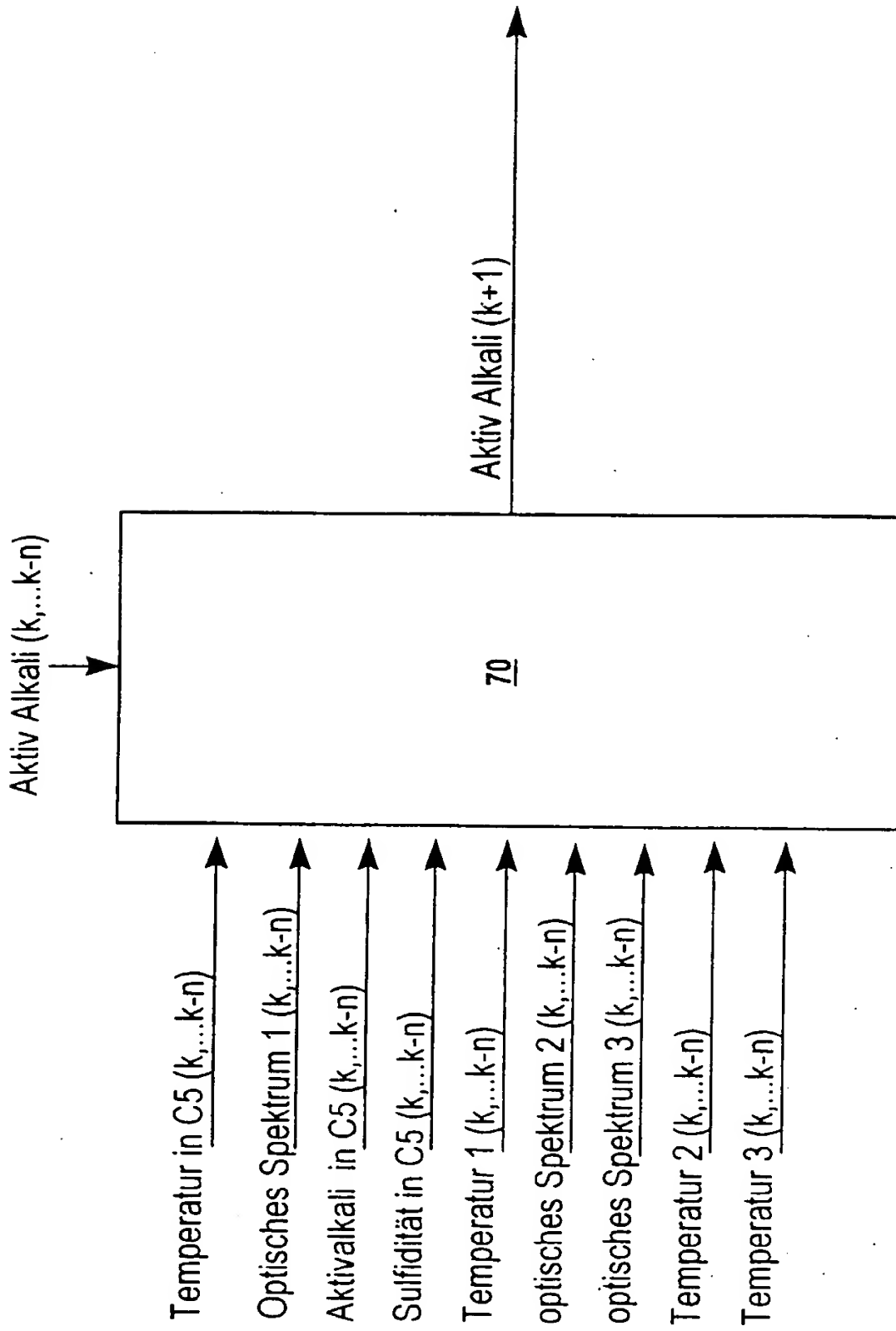


FIG 8

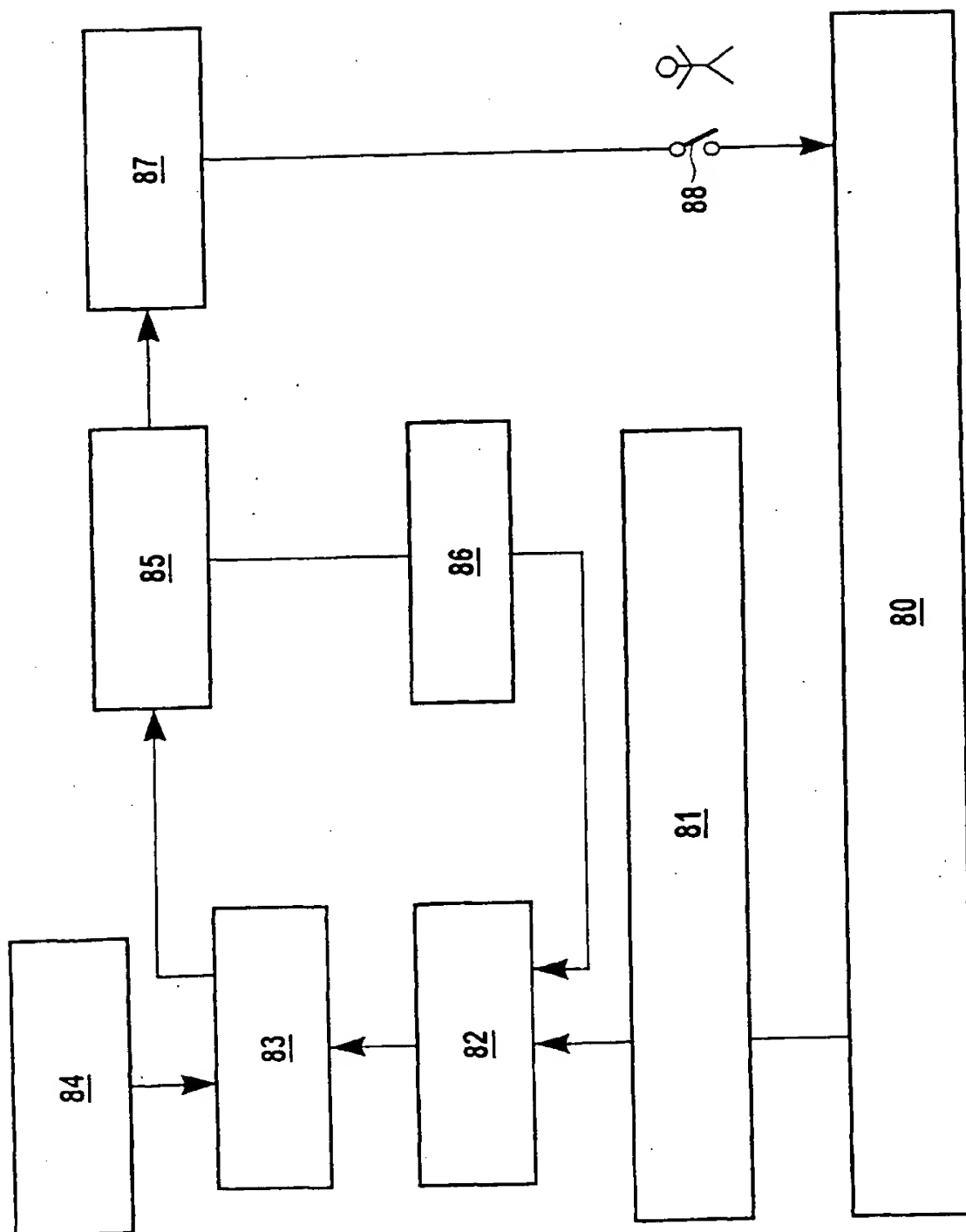


FIG 9

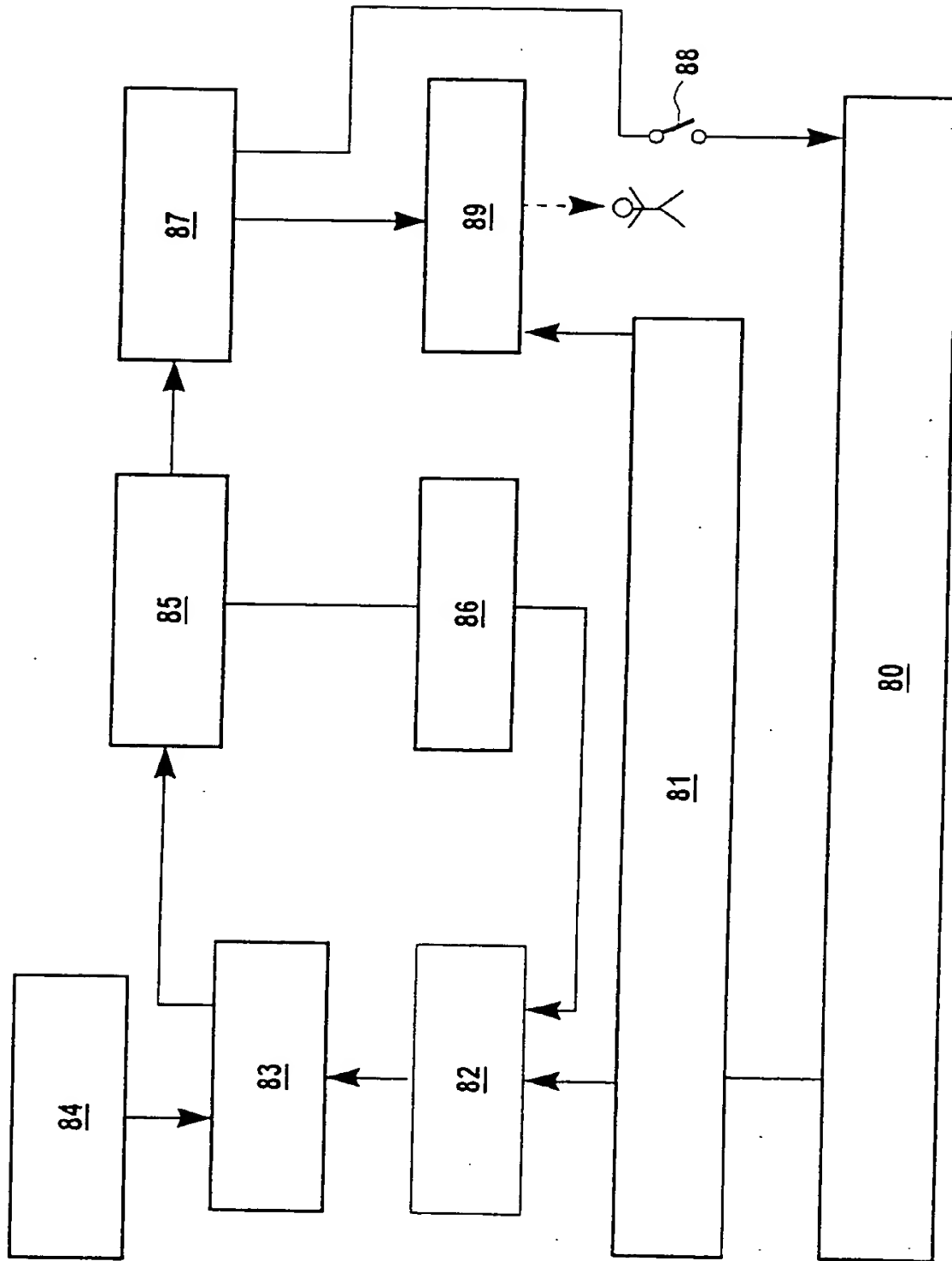


FIG 10

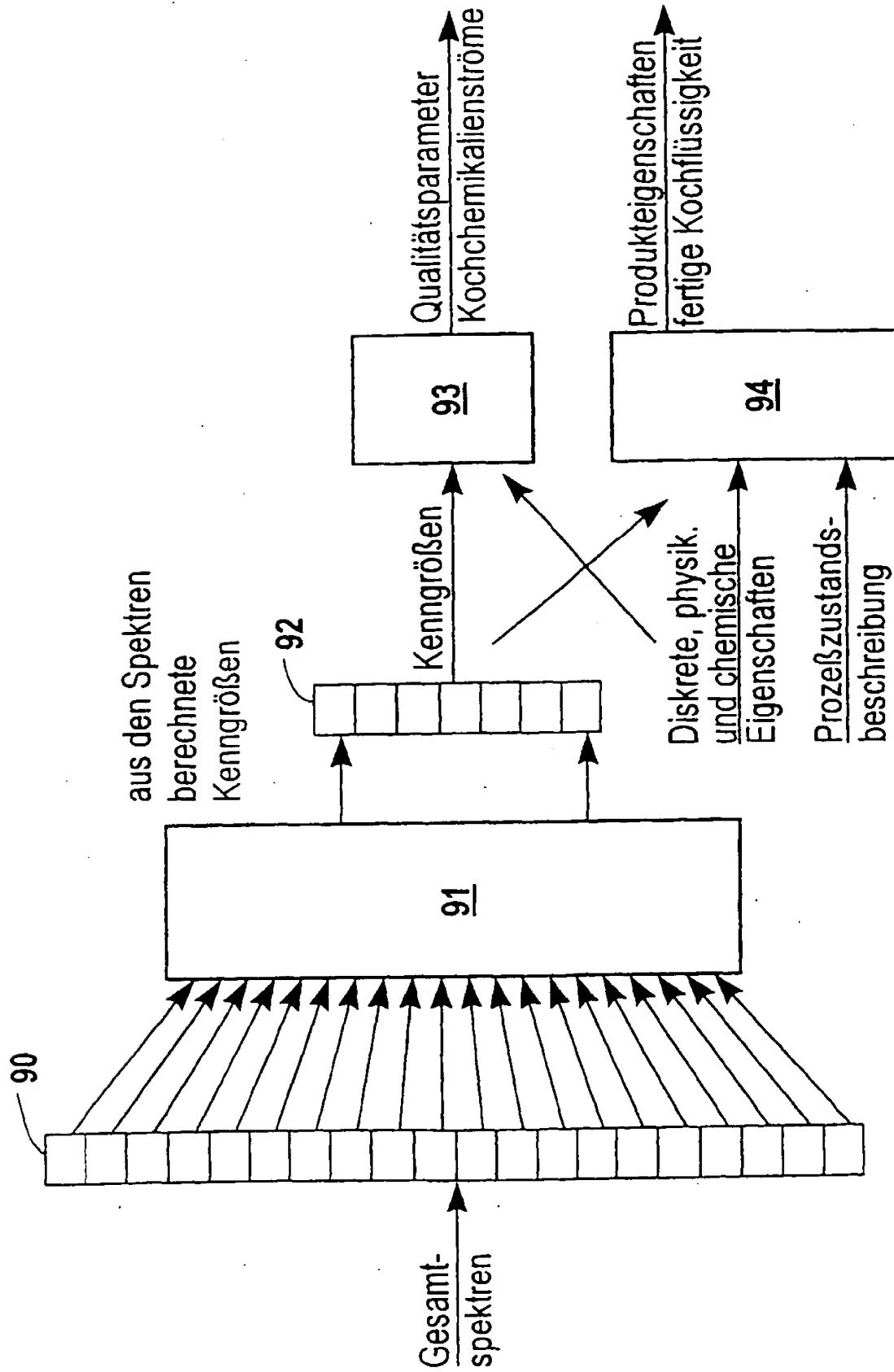


FIG 11

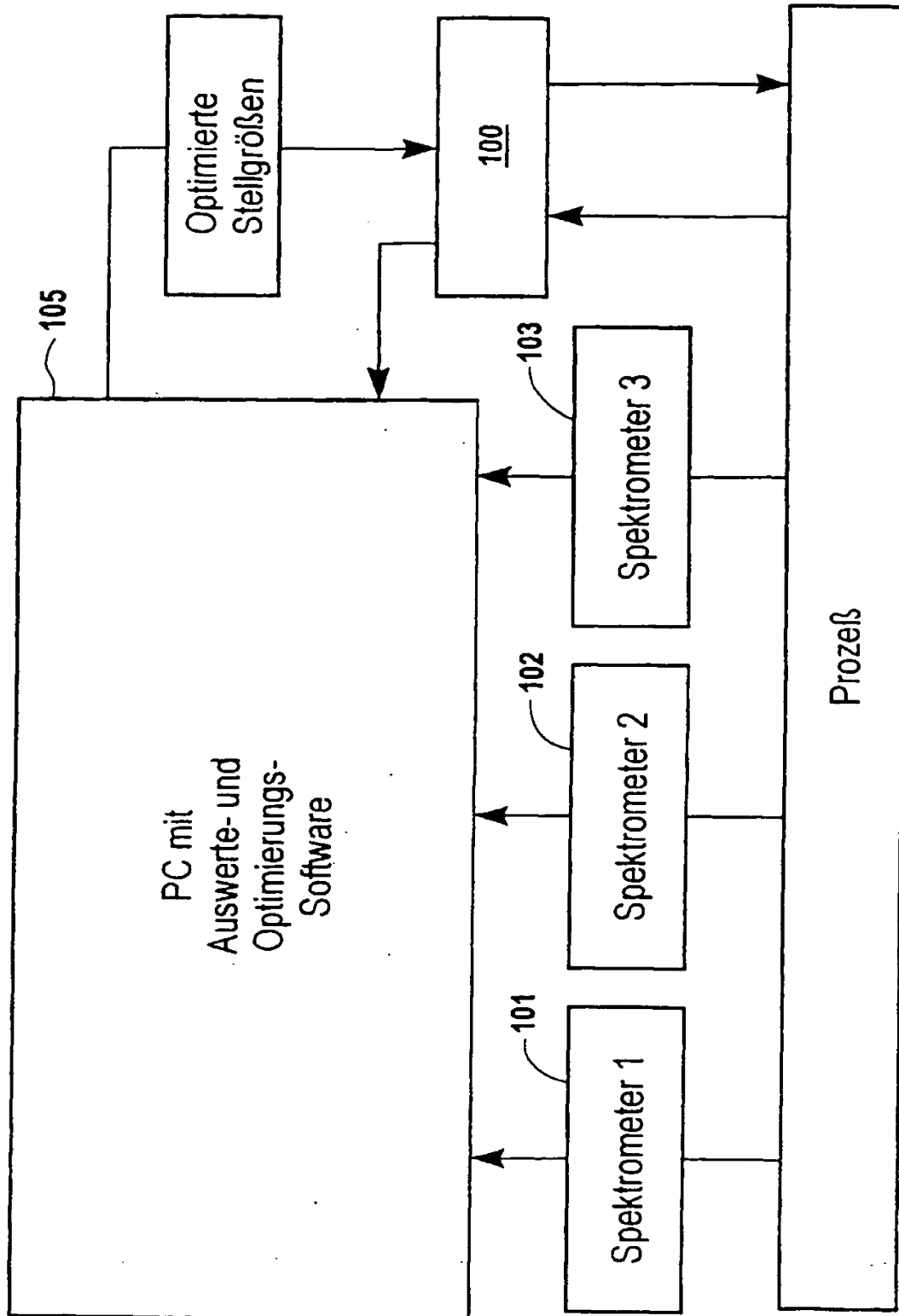


FIG 12



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 99 10 5545

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
X	WO 98 10137 A (FISHER ROSEMOUNT SYSTEMS INC) 12. März 1998	1-3, 5-7, 12, 13, 15-18, 24, 25, 28	D21C11/00
Y	* das ganze Dokument *	1, 28	
D, X	US 5 616 214 A (LECLERC DENYS F) 1. April 1997 * das ganze Dokument *	1-3, 5-7, 13-19, 28	
D, X	US 5 378 320 A (LECLERC DENYS F ET AL) 3. Januar 1995 * das ganze Dokument *	1-3, 5-7, 13, 15-18, 28	
Y	---	1, 28	
D, X	US 5 364 502 A (LECLERC DENYS F ET AL) 15. November 1994 * das ganze Dokument *	1-3, 5-7, 13, 15-18, 28	RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6) D21C
A	US 4 536 253 A (BERTELSEN PER M) 20. August 1985 * das ganze Dokument *	1-3, 7, 13, 16, 18, 28	
D; A	PATENT ABSTRACTS OF JAPAN vol. 018, no. 150 (C-1179), 14. März 1994 & JP 05 321183 A (TOSHIBA CORP), 7. Dezember 1993 * Zusammenfassung *		
D, A	DE 42 21 404 A (SIEMENS AG) 14. Januar 1993 ---		
D, A	DE 195 10 008 A (SIEMENS AG) 26. September 1996 ---		
-/-			
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 24. Juni 1999	Prüfer Nestby, K
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE		T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentdokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument --- & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument	
X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : nichtschrittliche Offenbarung P : Zwischenliteratur			

EPO FORM 1503 03 82 (P04C03)



Europäisches
Patentamt

EUROPÄISCHER RECHERCHENBERICHT

Nummer der Anmeldung
EP 99 10 5545

EINSCHLÄGIGE DOKUMENTE			
Kategorie	Kennzeichnung des Dokuments mit Angabe, soweit erforderlich, der maßgeblichen Teile	Betrifft Anspruch	KLASSIFIKATION DER ANMELDUNG (Int.Cl.6)
A	WO 84 04552 A (WEYERHAEUSER CO) 22. November 1984 -----		
			RECHERCHIERTE SACHGEBIETE (Int.Cl.6)
Der vorliegende Recherchenbericht wurde für alle Patentansprüche erstellt			
Recherchenort MÜNCHEN		Abschlußdatum der Recherche 24. Juni 1999	
		Prüfer Nestby. K	
KATEGORIE DER GENANNTEN DOKUMENTE X : von besonderer Bedeutung allein betrachtet Y : von besonderer Bedeutung in Verbindung mit einer anderen Veröffentlichung derselben Kategorie A : technologischer Hintergrund O : mündliche Offenbarung P : Zwischenliteratur T : der Erfindung zugrunde liegende Theorien oder Grundsätze E : älteres Patentedokument, das jedoch erst am oder nach dem Anmeldedatum veröffentlicht worden ist D : in der Anmeldung angeführtes Dokument L : aus anderen Gründen angeführtes Dokument & : Mitglied der gleichen Patentfamilie, übereinstimmendes Dokument			

EPO FORM 1503 03 82 (P4/C03)

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 99 10 5545

In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentedokumente angegeben.
Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

24-06-1999

Im Recherchenbericht angeführtes Patentedokument *	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 9810137 A	12-03-1998	US 5822220 A	13-10-1998
		AU 4154497 A	26-03-1998
US 5616214 A	01-04-1997	BR 9610164 A	05-01-1999
		WO 9710501 A	20-03-1997
		EP 0850415 A	01-07-1998
US 5378320 A	03-01-1995	US 5282931 A	01-02-1994
		AU 4554693 A	31-01-1994
		BR 9306697 A	08-12-1998
		CA 2138048 A	20-01-1994
		WO 9401769 A	20-01-1994
		DE 69305172 D	07-11-1996
		EP 0649531 A	26-04-1995
		FI 950078 A	05-01-1995
		JP 7508834 T	28-09-1995
		US 5364502 A	15-11-1994
US 5364502 A	15-11-1994	US 5282931 A	01-02-1994
		AU 4554693 A	31-01-1994
		BR 9306697 A	08-12-1998
		CA 2138048 A	20-01-1994
		WO 9401769 A	20-01-1994
		DE 69305172 D	07-11-1996
		EP 0649531 A	26-04-1995
		FI 950078 A	05-01-1995
		JP 7508834 T	28-09-1995
		US 5378320 A	03-01-1995
US 4536253 A	20-08-1985	DK 424281 A	26-03-1983
		CA 1198558 A	31-12-1985
		FI 823255 A, B,	26-03-1983
		SE 462105 B	07-05-1990
		SE 8205448 A	23-09-1982
DE 4221404 A	14-01-1993	DE 9108104 U	29-10-1992
DE 19510008 A	26-09-1996	BR 9607837 A	16-06-1998
		CA 2215956 A	26-09-1996
		WO 9629465 A	26-09-1996
		EP 0815315 A	07-01-1998
		NO 974358 A	21-11-1997
		ZA 9602315 A	28-10-1996
WO 8404552 A	22-11-1984	EP 0148207 A	17-07-1985
		FI 850235 A	18-01-1985

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82

**ANHANG ZUM EUROPÄISCHEN RECHERCHENBERICHT
 ÜBER DIE EUROPÄISCHE PATENTANMELDUNG NR.**

EP 99 10 5545

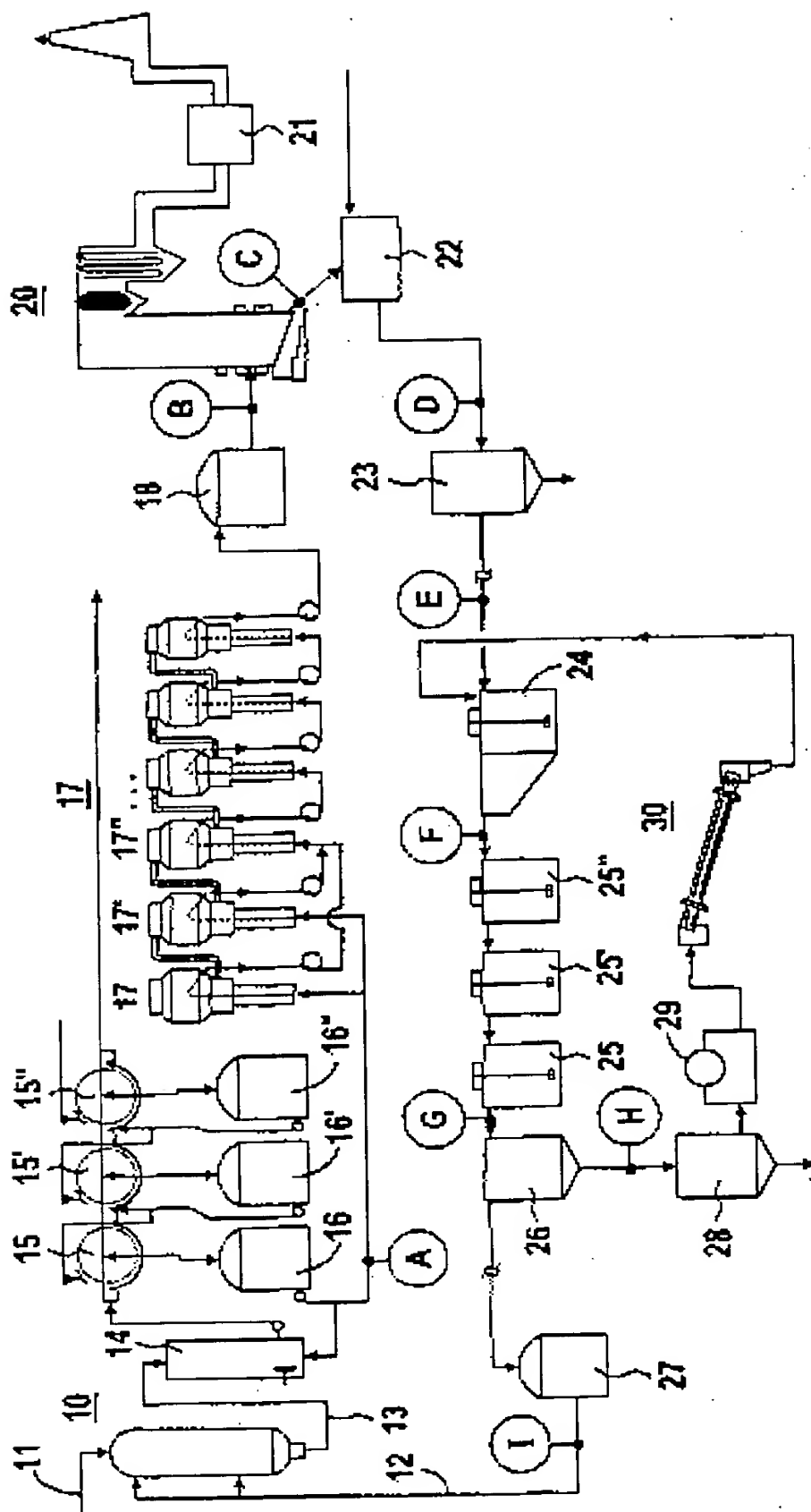
In diesem Anhang sind die Mitglieder der Patentfamilien der im obengenannten europäischen Recherchenbericht angeführten Patentdokumente angegeben.
 Die Angaben über die Familienmitglieder entsprechen dem Stand der Datei des Europäischen Patentamts am
 Diese Angaben dienen nur zur Unterrichtung und erfolgen ohne Gewähr.

24-06-1999

Im Recherchenbericht angeführtes Patentdokument	Datum der Veröffentlichung	Mitglied(er) der Patentfamilie	Datum der Veröffentlichung
WO 8404552 A		JP 60501318 T	15-08-1985

EPO FORM P0461

Für nähere Einzelheiten zu diesem Anhang : siehe Amtsblatt des Europäischen Patentamts, Nr.12/82



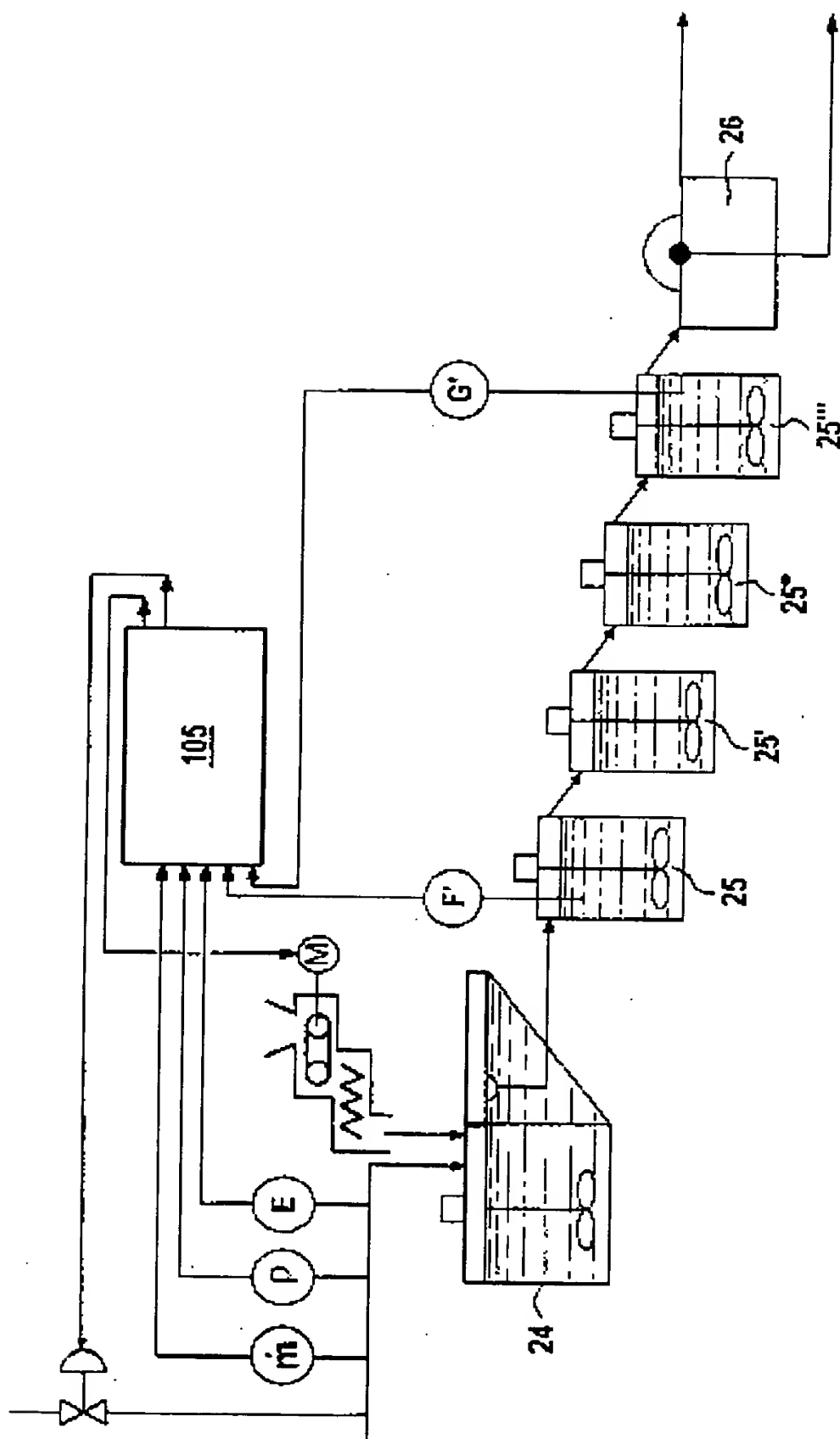


FIG 2

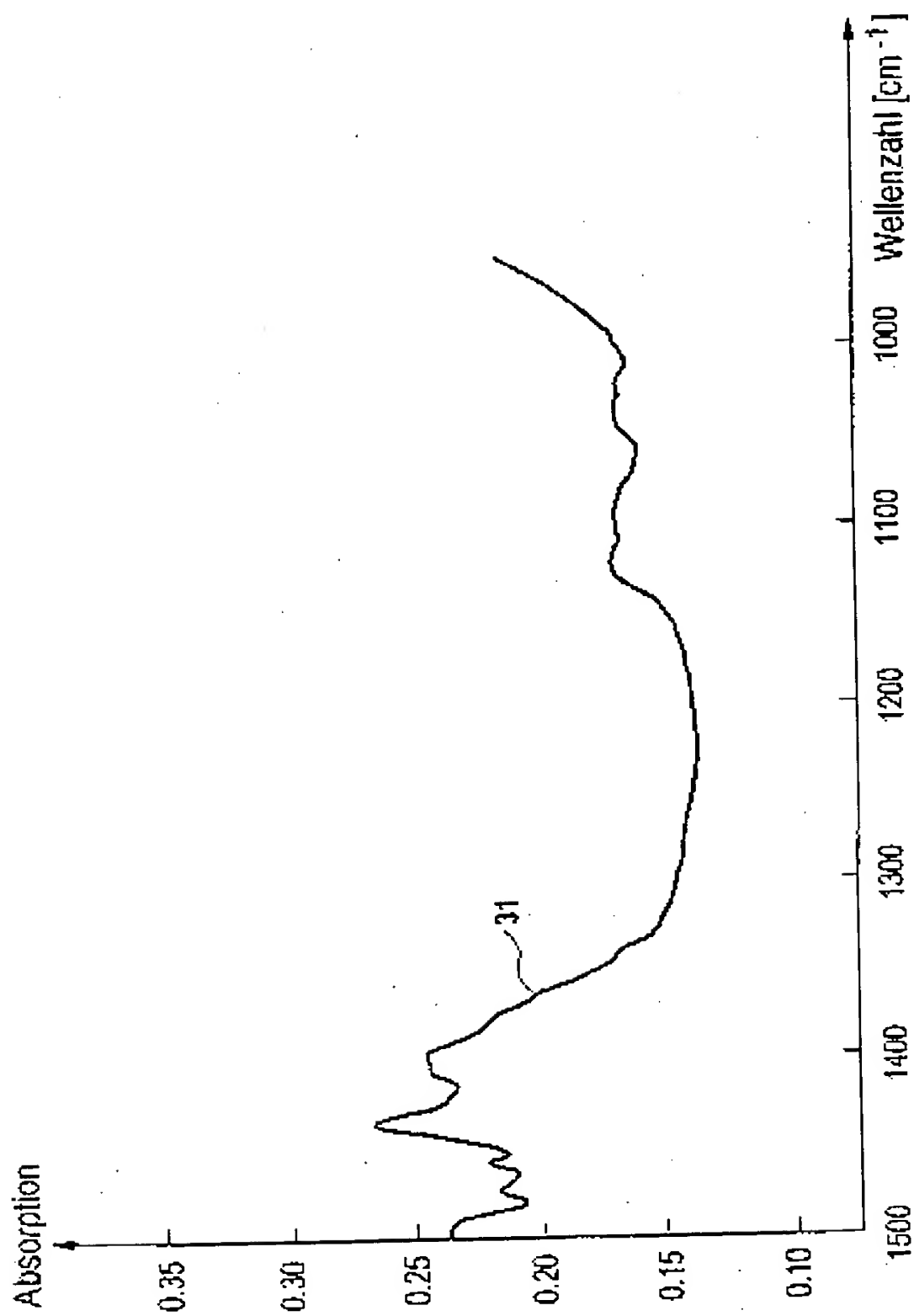


FIG 3

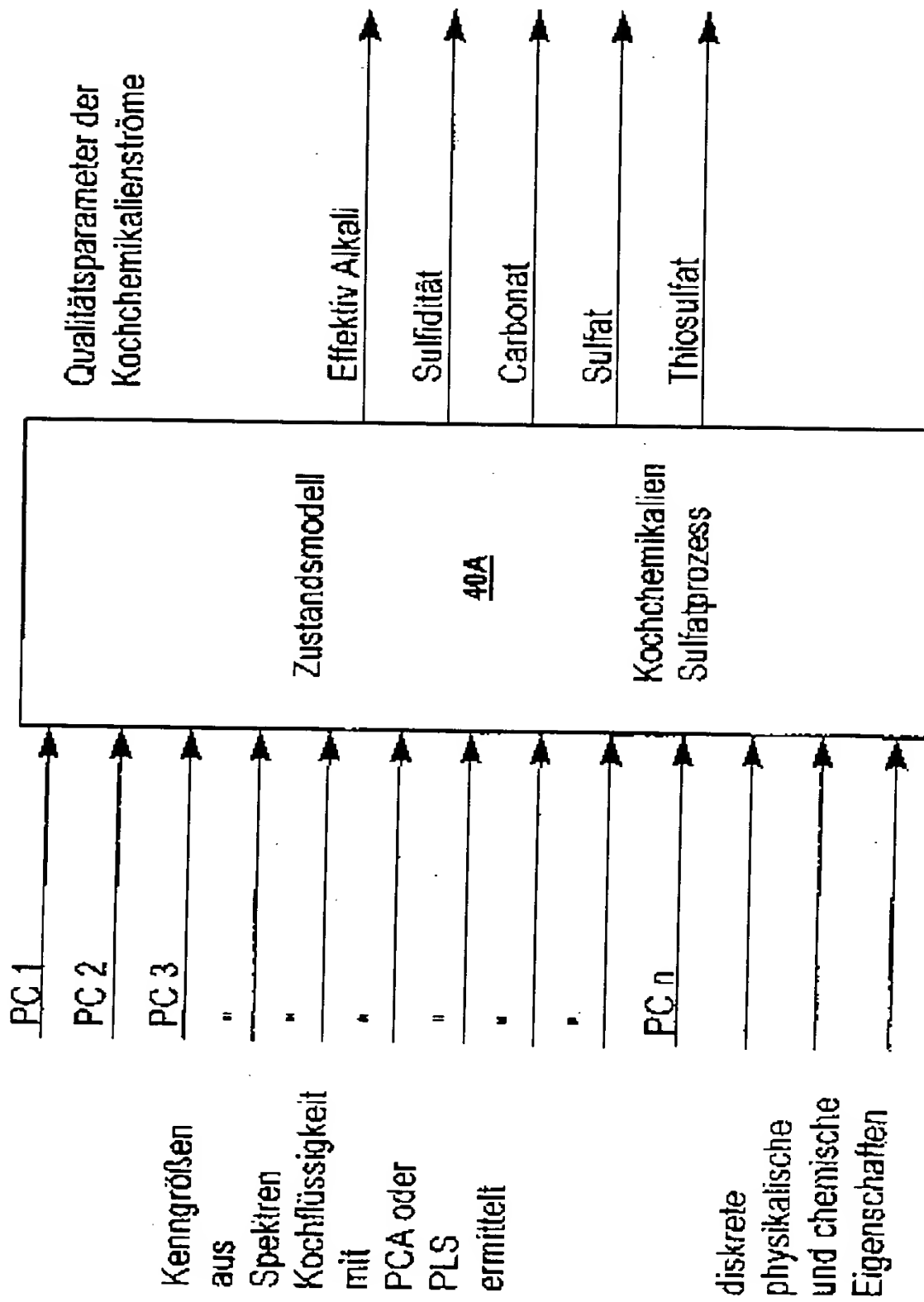


FIG 4

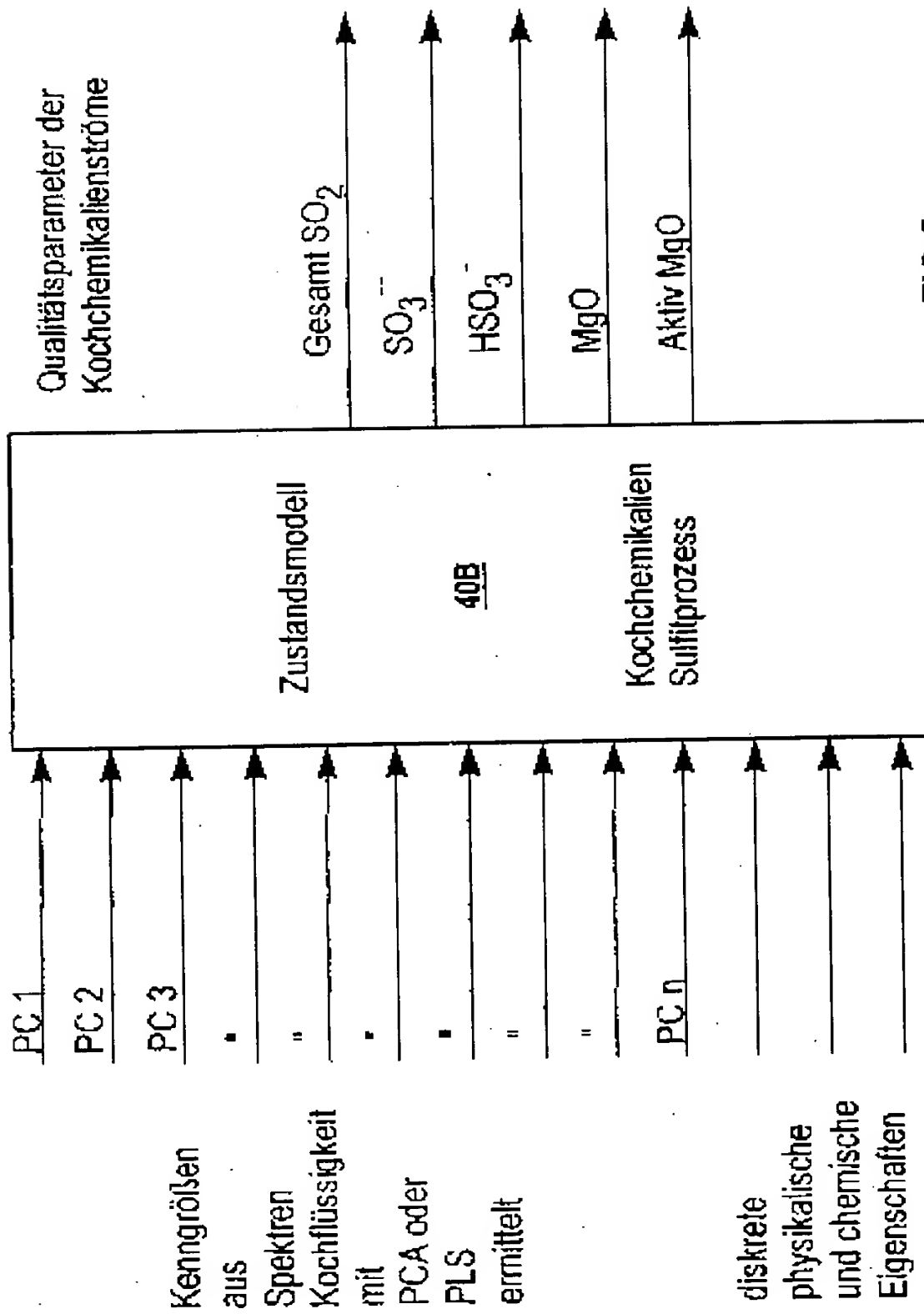


FIG 5

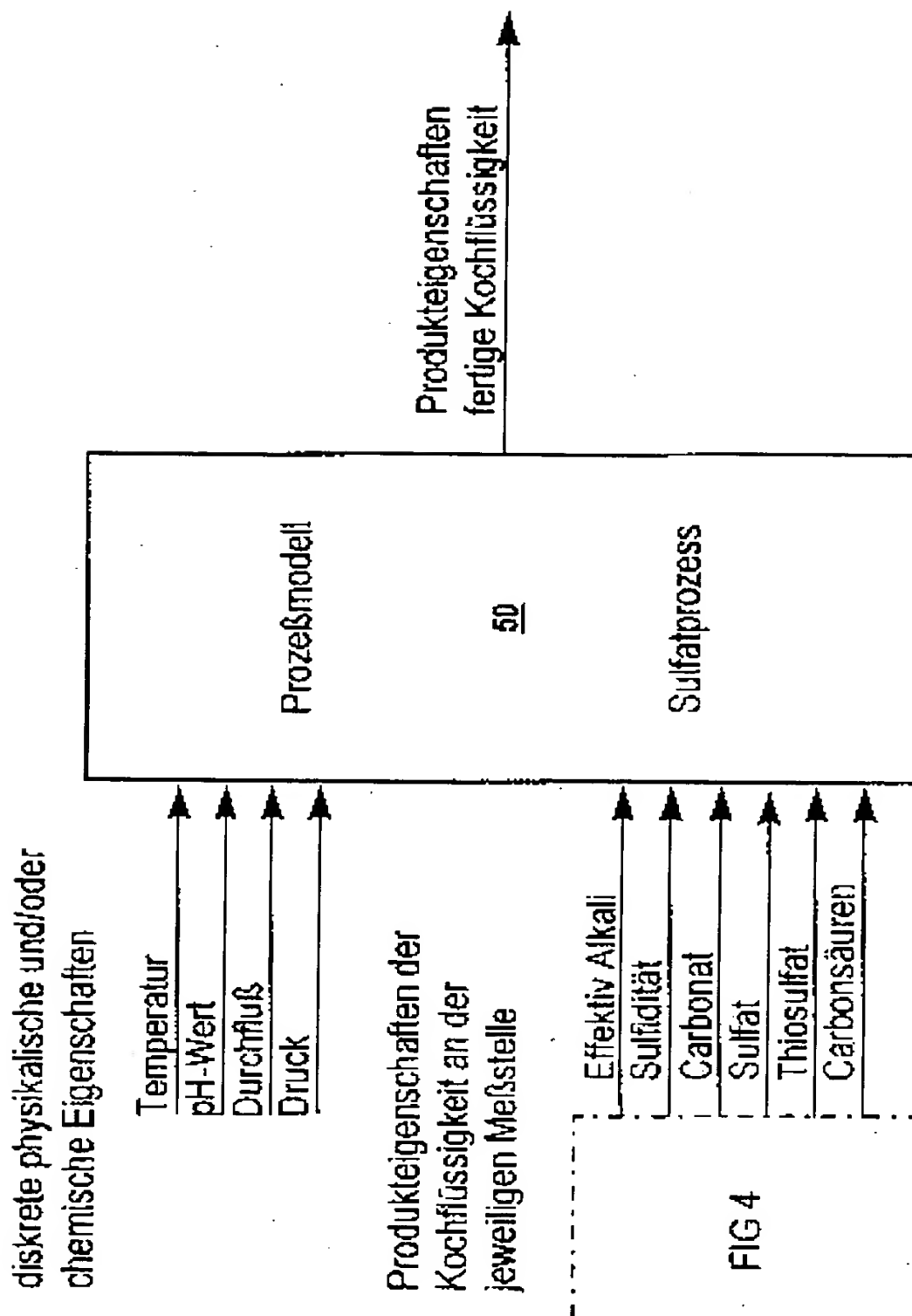


FIG 6

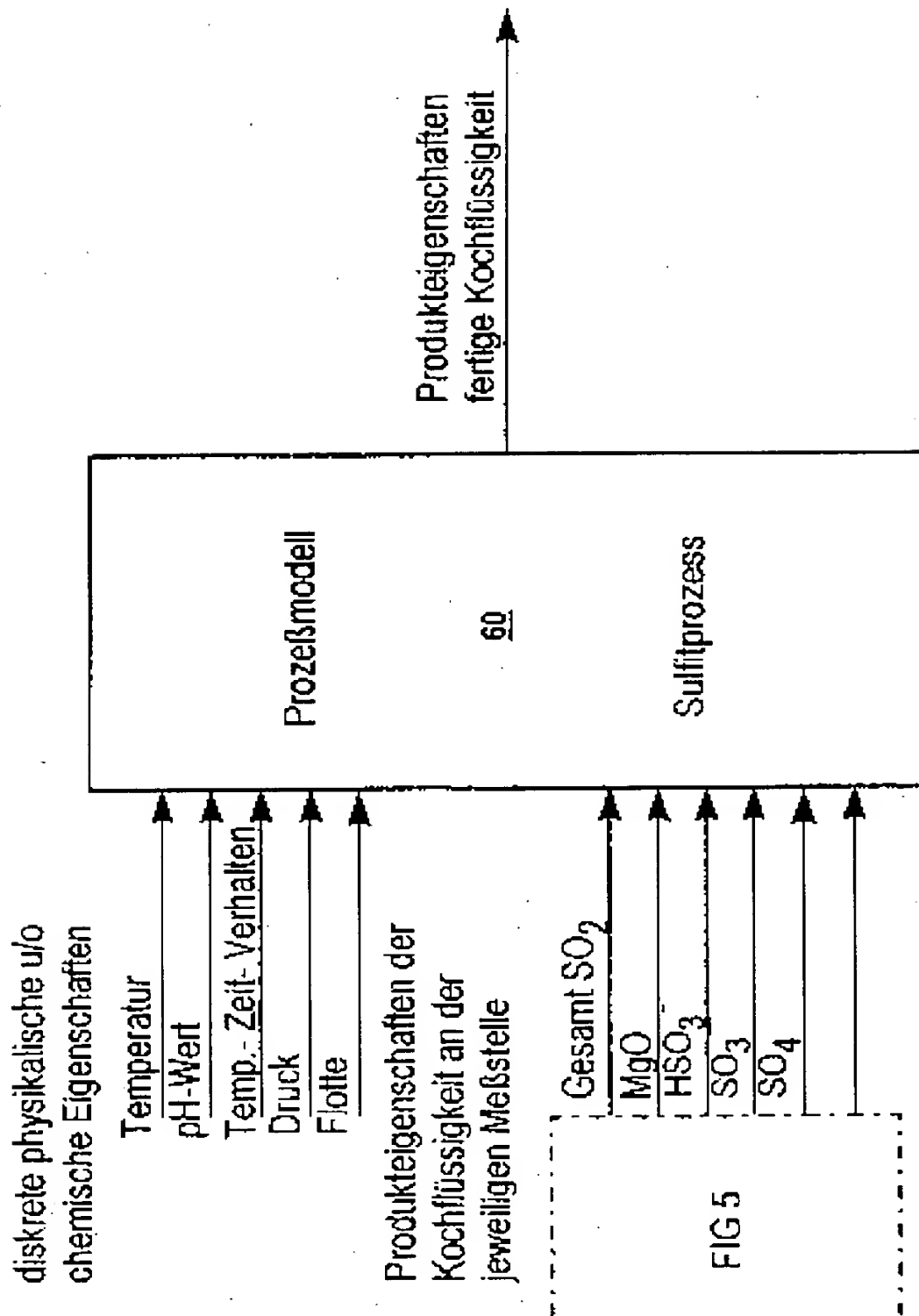


FIG 7

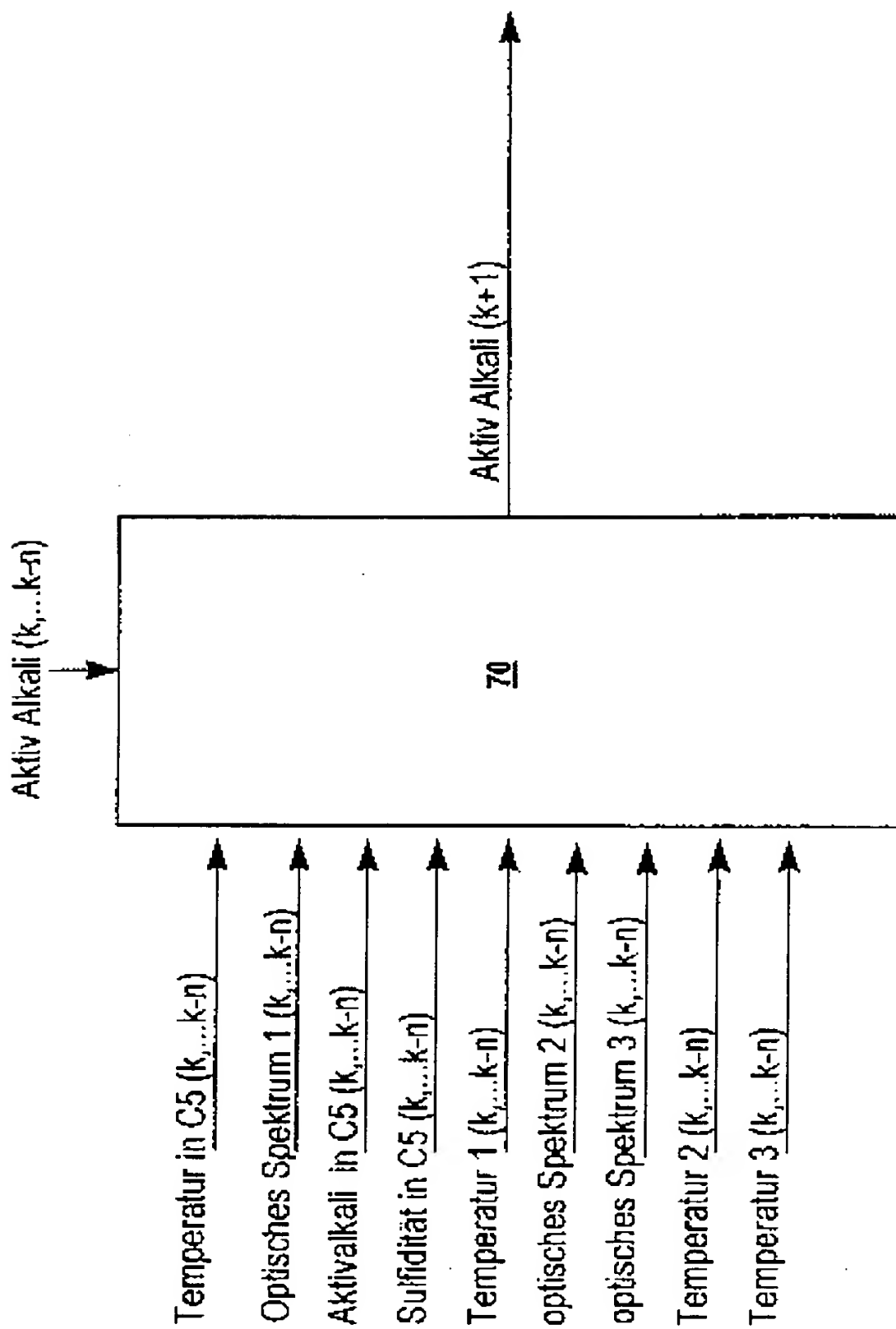


FIG 8

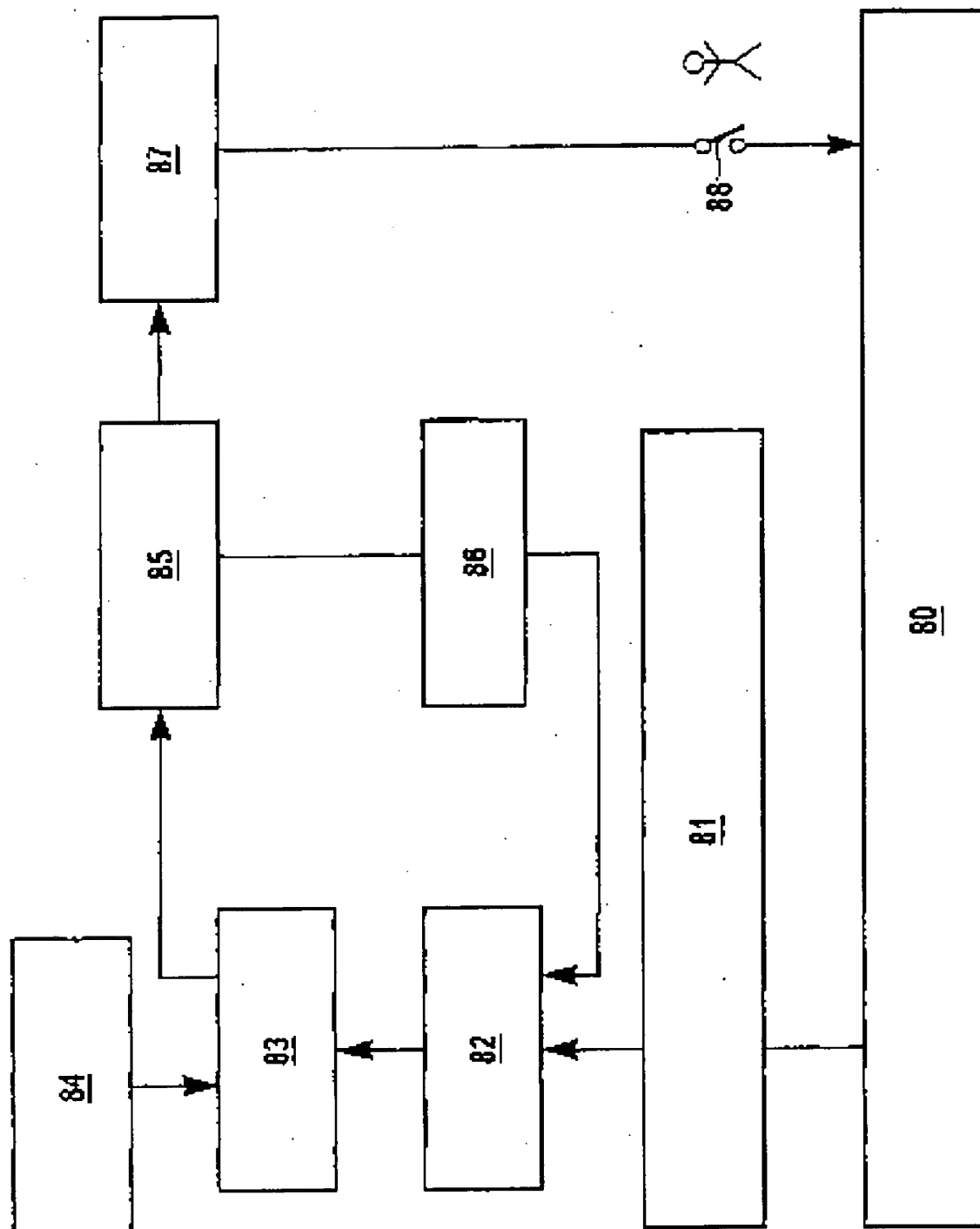


FIG 9

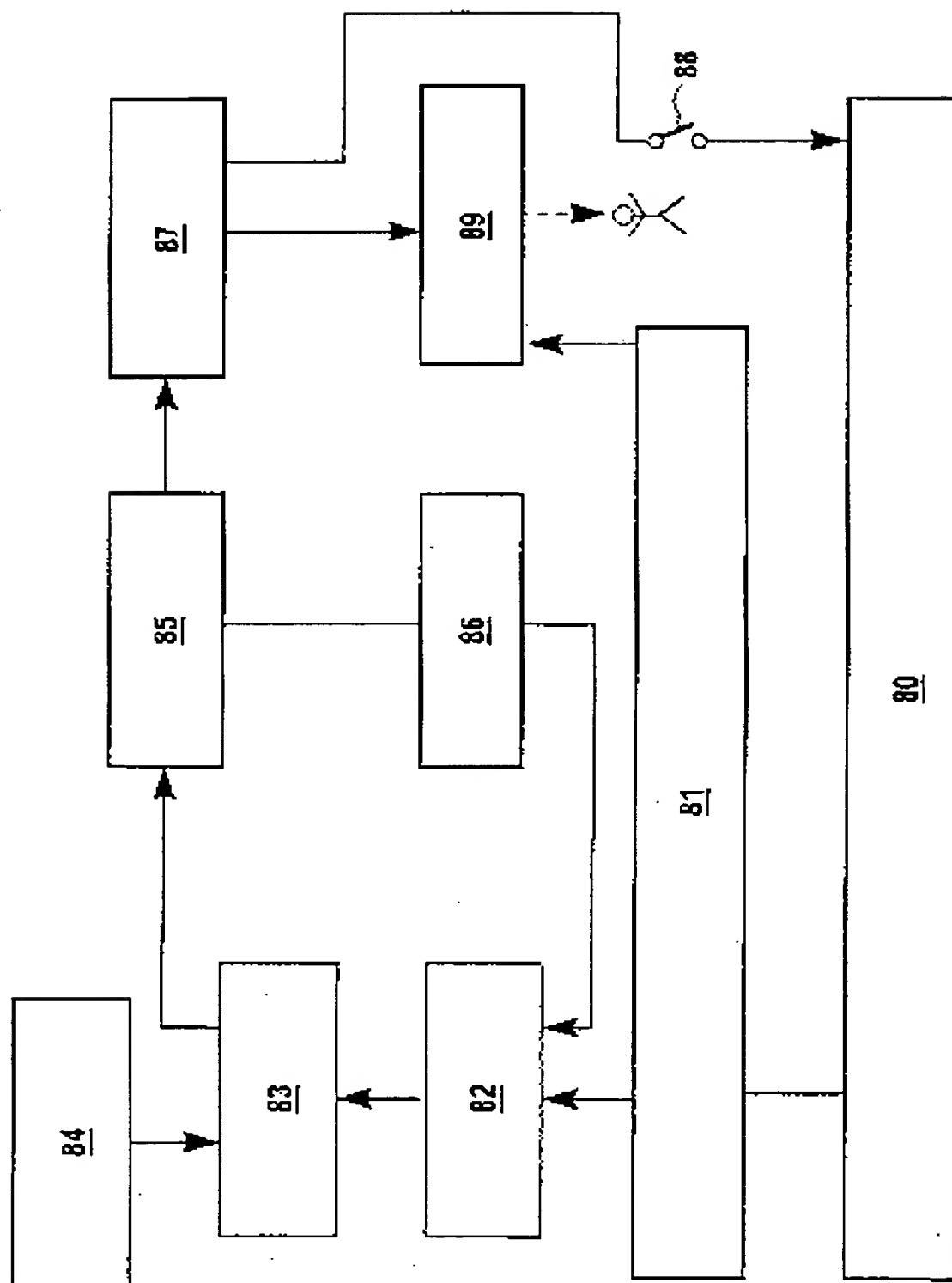


FIG 10

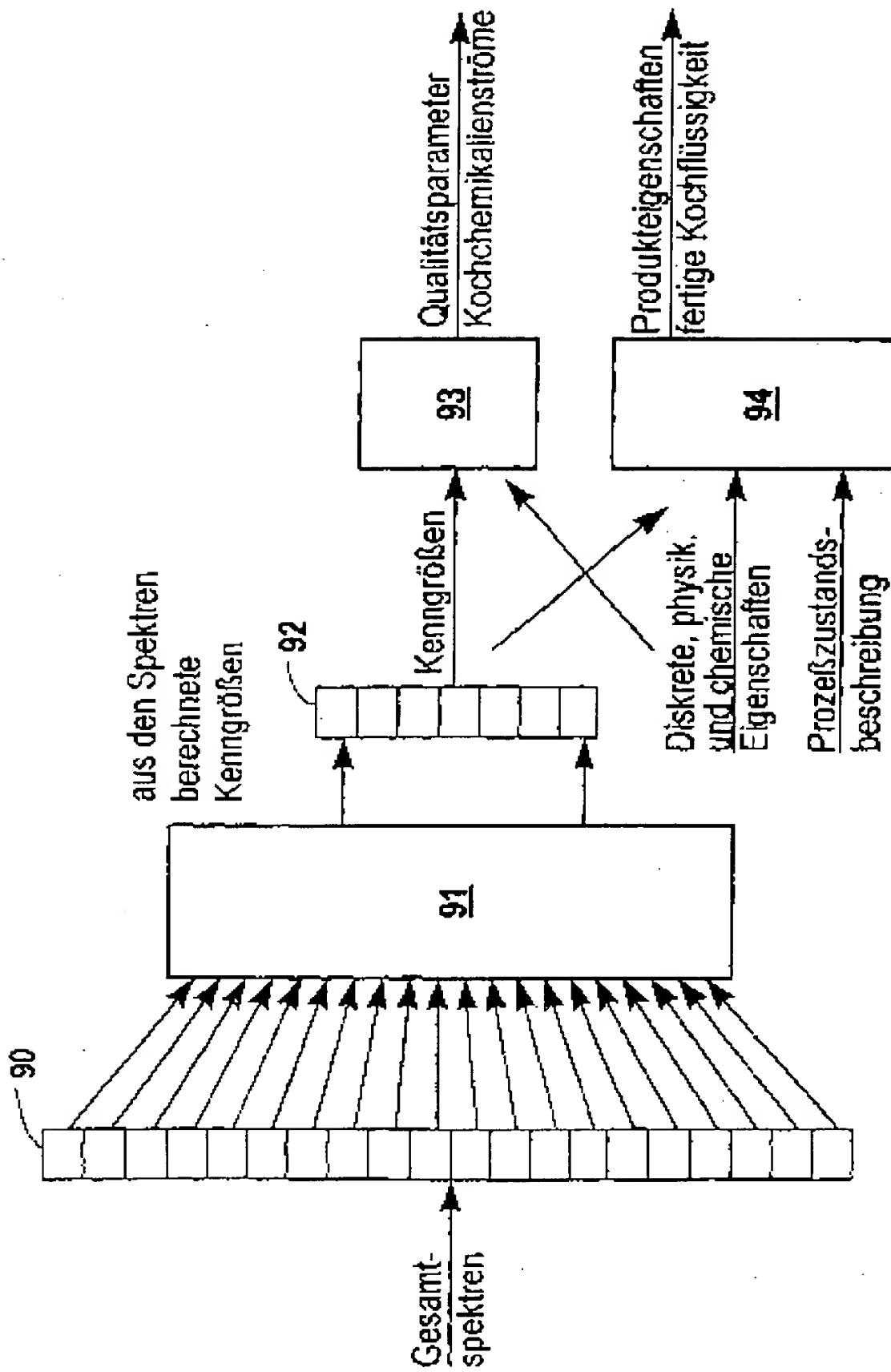


FIG 11

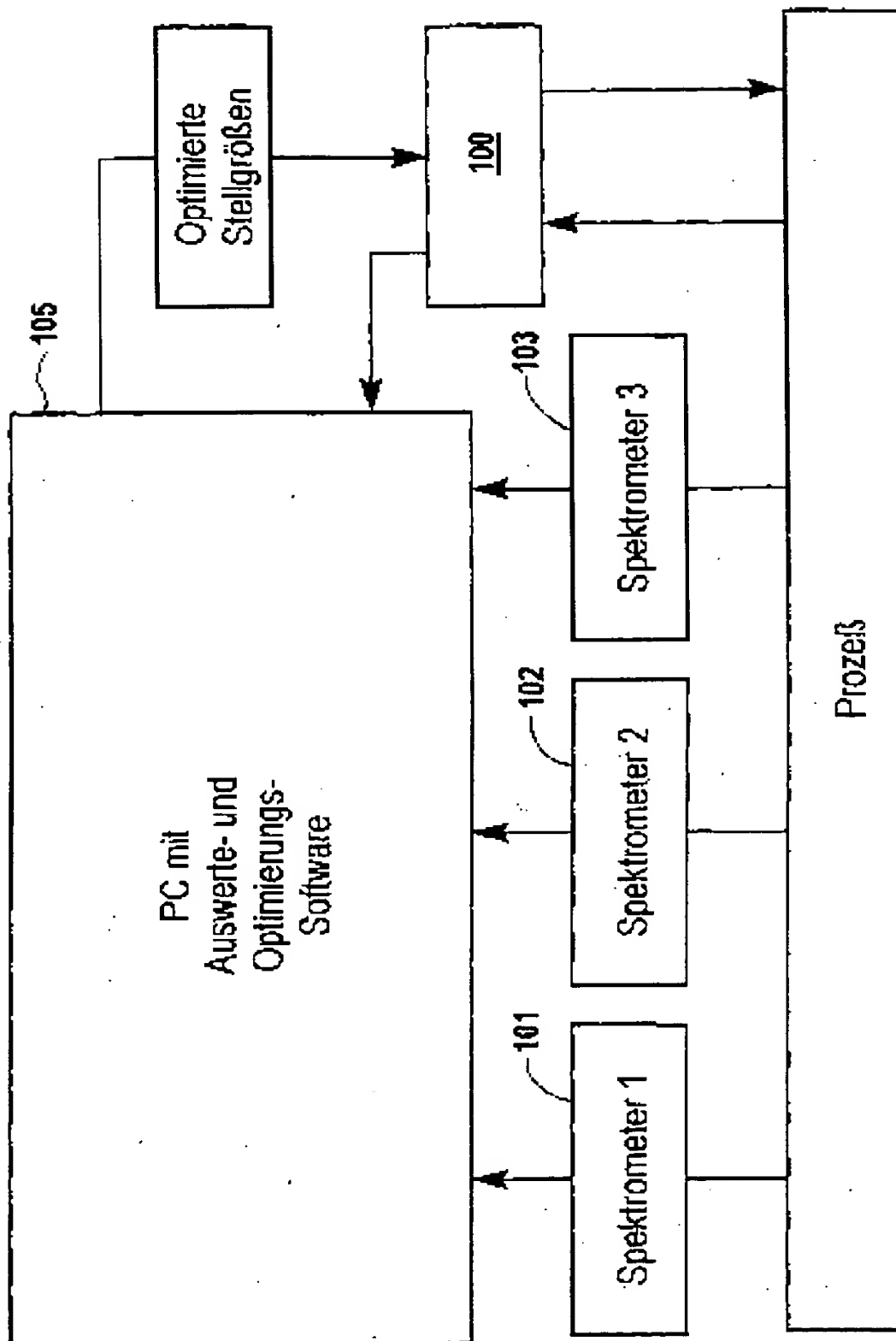


FIG 12